



Espacenet

Bibliographic data: JP H08508197 (A)

Integrated chemical processing apparatus and processes for the preparation thereof

Publication date: 1996-09-03

Inventor(s):

Applicant(s):

Classification:

- international: *B01F13/00; B01F5/06; B01J12/00; B01J14/00; B01J19/00; B01J19/12; B01J35/04; B01L3/00; C07F7/12; F28D9/00; F28F27/02; G01N37/00; B01L7/00; G01N30/60; G01N30/88; (IPC1-7): B01J12/00; B01J14/00; B01J19/00; B01J19/12; C07F7/12*
- European: *B01F13/00M; B01F5/06B2E; B01J19/00G; B01J19/00R; B01J19/12D2; B01J35/04; B01L3/00C6M; F28D9/00F4B; F28F9/02S8*

Application number: JP19940521214T 19940316

Priority number (s): WO1994US02845 19940316; US19930033915 19930319; US19930161379 19931202

Also published as:

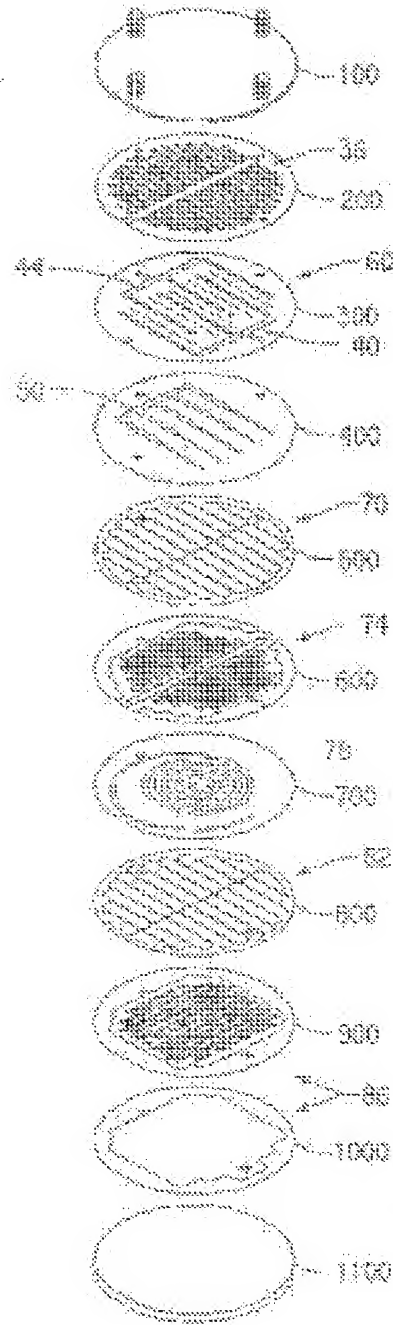
- JP 3512186 (B2)
- US 5680763 (A)
- WO 9421372 (A1)
- EP 0688242 (A1)
- EP 0688242 (B1)
- more

Abstract not available for JP H08508197 (A)

Abstract of corresponding document: US 5680763 (A)

An integral structure is provided for chemical processing and manufacture, in which a plurality of laminar are joined together and having inlet and outlet ports connected by a three dimensionally tortuous channel. Chemicals are introduced through the inlet ports and processed along the channel, with desirable product withdrawn through the outlet ports. The laminar are of materials selected to be compatible with the chemical process, from the group consisting of elements of groups III, IV or V of the Periodic Table, ceramics, glasses, polymers, composites and metals. Processes of manufacture of the apparatus and processes utilizing the apparatus are also disclosed herein.

Last updated: 12.10.2011 Worldwide Database 5.7.23.1; 93p



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号

特表平8-508197

(43)公表日 平成8年(1996)9月3日

| (51)Int.Cl. ^a | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I |
|----------------------------|------|---------|----------------|
| B 0 1 J 12/00 | | 9345-4D | B 0 1 J 12/00 |
| 14/00 | | 9345-4D | 14/00 Z |
| 19/00 | | 9345-4D | 19/00 Z |
| 19/12 | | 9345-4D | 19/12 Z |
| C 0 7 F 7/12 | | 9450-4H | C 0 7 F 7/12 F |
| 審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 52 頁) | | | |

(21)出願番号 特願平6-521214
(86) (22)出願日 平成6年(1994)3月16日
(85)翻訳文提出日 平成7年(1995)9月13日
(86)国際出願番号 PCT/US 94/02845
(87)国際公開番号 WO 94/21372
(87)国際公開日 平成6年(1994)9月29日
(31)優先権主張番号 08/033,915
(32)優先日 1993年3月19日
(33)優先権主張国 米国 (US)
(31)優先権主張番号 08/161,379
(32)優先日 1993年12月2日
(33)優先権主張国 米国 (US)

(71)出願人 イー・アイ・デュボン・ドウ・ヌムール・
アンド・カンパニー
アメリカ合衆国デラウェア州19898ウイル
ミントン・マーケットストリート1007
(72)発明者 アシユメツド, ジェイムズ・ウイリアム
アメリカ合衆国デラウェア州19709-9502
ミドルタウン・エアモントドライブ118
(72)発明者 ブレイスデル, チャールズ・トーマス
アメリカ合衆国デラウェア州19709ミドル
タウン・シヤルクロスレイクロード855
(74)代理人 弁理士 小田島 平吉 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 総合化学処理装置及びその準備のためのプロセス

(57)【要約】

複数のラミナ(100-1100)が一体に接合され、3次元曲がりチャネルにより入口(20、24)ポートと出口(30、34)ポートが連結された、化学処理及び製造のための一体構造が設けられる。化学薬品が、入口ポートを通して導入され、チャネルに沿って処理され、望ましい生成物が出口ポートから回収される。ラミナは、周期表のIII、IV又はV族の要素、セラミック、ガラス、ポリマー、複合物及び金属から成るグループから化学プロセスと融和性があるように選択された物質である。

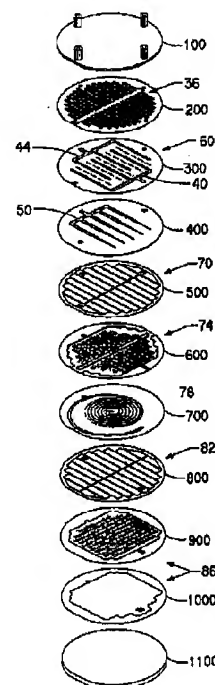


FIG. 2

【特許請求の範囲】

1. 化学薬品の収容と放出のために形成された少なくとも一つの入口ポートと少なくとも一つの出口ポートと、処理される化学薬品を収納するための少なくとも一つの3次元曲がりチャネルとを備え、一体に接合された複数のラミナを具備する化学処理及び製造のための一体構造であって、該チャネルは、該入口及び出口ポートに連結され、該ラミナは、化学プロセスと融和性であるように選択された材料と、化学薬品が処理される如く所望の制御を行うように位置付けられた少なくとも一つのユニット動作を行う手段とを具備することを特徴とする一体構造。

2. 該ラミナが、さらに、周期表のIII、IV及びV族の要素、セラミック、ガラス、ポリマー、複合物及び金属から成るグループから選択された物質を具備する請求の範囲1に記載の一体構造。

3. 該ラミナが、さらに、周期表のIII、IV及びV族の要素から成るグループから選択された物質を具備する請求の範囲2に記載の一体構造。

4. 該ラミナが、さらに、周期表のIVA族から選択された物質を具備する請求の範囲3に記載の一体構造。

5. 該ラミナが、さらに、シリコンとゲルマニウムから成るグループから選択された物質を具備する請求の範囲4に記載の一体構造。

6. 該ラミナが、さらに、炭化ケイ素、サファイアとアルミナから成るグループから選択されたセラミックを具備する請求の範囲2に記載の一体構造。

7. 該ラミナが、複数のユニット動作を収容するように配置される請求の範囲1に記載の一体構造。

8. 該チャネルが、隣接ラミナの間に正確に方向付けられる請求の範

囲1に記載の一体構造。

9. 該チャネルが、該ラミナに沿って連続である請求の範囲8に記載の一体構造。

10. 該チャネルが、該ラミナに沿って不連続であり、そしてさらに、該チャネルが、隣接ラミナの間に連続的に整合される請求の範囲8に記載の一体構造。

11. 該チャネルが、約10～約5000マイクロメートルの断面積である請求の範囲1に記載の一体構造。

12. 少なくとも一つのユニット動作を行う該手段が、温度制御手段、圧力制御手段、化学滞留時間を制御するための手段、混合手段、熱絶縁手段、分離器、光化学反応器手段、電気化学反応器手段、及び触媒反応器手段から成るグループから選択される請求の範囲1に記載の一体構造。

13. 該温度制御手段が、一つ以上の温度検知手段と一つ以上の熱流制御手段の組み合わせである請求の範囲12に記載の一体構造。

14. 該熱流制御手段が、一体構造と接触した電気加熱器、一体構造と接触した熱交換器、及び放射エネルギーを伝達するための手段から成るグループから選択される請求の範囲13に記載の一体構造。

15. 該熱流制御手段が、一つ以上のラミナ内に形成した3次元曲がりチャネルであり、この場合、該ラミナが、少なくとも一つの入口ポートと少なくとも一つの出口ポートを形成され、該チャネルは、処理される化学薬品を収容する少なくとも一つの3次元曲がりチャネルに熱的に結合される請求の範囲13に記載の一体構造。

16. 該圧力制御手段が、圧力調整器とポンピング配置から成るグループから選択される請求の範囲12に記載の一体構造。

17. 該混合手段がT混合器である請求の範囲12に記載の一体構造。

18. 該混合手段が蛇行パス混合器である請求の範囲12に記載の一体構造。

19. 該混合手段が、T混合器と蛇行パス混合器の組み合わせである請求の範囲12に記載の一体構造。

20. 該熱絶縁手段が、複数の該ラミナを分離する請求の範囲12に記載の一体構造。

21. 化学処理及び製造のための一体構造の準備のためのプロセスにおいて、
(a) 頂部と底部を各々有し、所望の経路を形成するために十分な所望の厚さを有する複数のラミナを処理することと、
(b) 化学薬品の収容と放出のために形成した少なくとも一つの入口ポートと少

なくとも一つの出口ポートと精密な整合において該ラミナを積み重ね、一緒に結合し、この場合、該経路は、処理される化学薬品を収容するために少なくとも一つの3次元曲がりチャネルを形成し、該チャネルは、該入口ポートと該出口ポートに連結され、該内側グループの該ラミナは、化学プロセスと融和性であるように選択された材料を具備することと、(c) 化学薬品が処理される如く、所望の制御を行うように少なくとも一つのユニット動作を行うために一つ以上の手段を位置付けることとを含むプロセス。

22. 該ラミナが、さらに、周期表のIII、IV及びV族の要素、セラミック、ガラス、ポリマー、複合物及び金属から成るグループから選択された物質を具備する請求の範囲21に記載の装置。

23. 該ラミナが、さらに、周期表のIII、IV及びV族の要素から成るグループから選択された物質を具備する請求の範囲22に記載の装置。

24. 該ラミナが、さらに、周期表のIVA族から選択された物質を具備する請求の範囲23に記載の装置。

25. 該ラミナが、さらに、シリコンとゲルマニウムから成るグループから選択された物質を具備する請求の範囲24に記載の装置。

26. 該ラミナが、さらに、炭化ケイ素、サファイアとアルミナから成るグループから選択されたセラミックを具備する請求の範囲22に記載の一体構造。

27. 該処理(a)が、減法プロセス、加法プロセス、及び形成プロセスから成るグループから選択された手順によって行われる請求の範囲21に記載のプロセス。

28. 該減法プロセスが、化学エッチング、電解加工、放電加工、レーザー切断、穴あけと切削、研削及び単一ダイヤモンド点カッティングから成るグループから選択される請求の範囲27に記載のプロセス。

29. 該加法プロセスが、電型法、選択メッキ法、化学蒸着法、ステレオリソグラフィック光形成、及び溶接から成るグループから選択される請求の範囲27に記載のプロセス。

30. 該形成プロセスが、成型、鋳造、及びスタンピングから成るグループか

ら選択される請求の範囲 27 に記載のプロセス。

31. 化学処理及び製造のための方法において、

(a) 請求の範囲 1 の構造の入口ポートに処理される一つ以上の化学薬品を導入することと、

(b) 一つ以上の化学薬品を収容するように特別に適合された少なくとも

も一つの曲がりチャネルを横断するように一つ以上の化学薬品を指向させることと、

(c) 一つ以上の化学薬品に対して次のユニット動作の少なくとも一つを行う手段により曲がりチャネルを通して一つ以上の化学薬品の横断を調整することと、

A-混合、

B-熱交換、

C-分離、

D-触媒反応、

E-非触媒反応、

F-光化学反応、

G-電気化学反応、

(d) 出口ポートから一つ以上の処理済化学薬品を回収することを含み、これにより、該処理は、処理される一つ以上の化学薬品に作用されるユニット動作に関する曲がりチャネルの設計の調整を特徴する方法。

32. 入口ポートに導入された一つ以上の化学薬品が、混合のユニット動作を受ける請求の範囲 31 に記載のプロセス。

33. 入口ポートに導入された一つ以上の化学薬品が、熱交換のユニット動作を受ける請求の範囲 31 に記載のプロセス。

34. 入口ポートに導入された一つ以上の化学薬品が、分離のユニット動作を受ける請求の範囲 31 に記載のプロセス。

35. 入口ポートに導入された一つ以上の化学薬品が、触媒反応のユニット動作を受ける請求の範囲 31 に記載のプロセス。

36. 入口ポートに導入された一つ以上の化学薬品が、非触媒反応の

ユニット動作を受ける請求の範囲31に記載のプロセス。

37. 入口ポートに導入された一つ以上の化学薬品が、光化学反応のユニット動作を受ける請求の範囲31に記載のプロセス。

38. 入口ポートに導入された一つ以上の化学薬品が、電気化学反応のユニット動作を受ける請求の範囲31に記載のプロセス。

39. 入口ポートに導入された一つ以上の化学薬品が、混合、熱交換、光化学反応、及び分離のユニット動作を順次に受ける請求の範囲31に記載のプロセス。

40. 化学薬品の収容と放出のために形成された少なくとも一つの入口ポートと少なくとも一つの出口ポート、及び処理される化学薬品を収容するために形成された少なくとも一つの3次元曲がりチャネルを具え、一体に接合された複数のラミナを具備する化学処理及び製造のための一体構造において、該チャネルは、該入口及び出口ポートに連結され、該ラミナは、さらに、化学プロセスとの融和性のために選択された材料と、

(a) 一体構造と接触した電気加熱器と温度制御手段の組み合わせにより制御温度に化学薬品を加熱することと、

(b) 化学薬品を複数のストリームに順次に分割し、対応するストリーム対をT混合器により混合させ、該ストリーム対を結合ストリームに結合させ、該結合ストリームの各々を蛇行パス混合器によって混合させ、該ストリームを単一ストリームに再結合することと、

(c) 該混合化学ストリームを第1熱絶縁手段に通過させることと、

(d) 該混合化学ストリームの温度をさらに上昇させるために、該混合化学ストリームを第1熱交換器手段の第1側に通過させることと、

(e) 該混合化学ストリームを発熱反応において光化学反応させる化学

線源を有する光化学反応器手段に該ストリームを通過させることと、

(f) 該反応ストリームの温度を低下させるために、第1熱交換器手段の第2側に該反応化学ストリームを通過させることと、

(g) 温度センサー、制御器及び熱交換器流体流制御手段を具備する制御手段に

より制御温度に維持された第2熱交換器と熱接触した螺旋分離器を具備する分離器手段に第2熱絶縁手段を通して該冷却反応ストリームを通過させることと、

(h) 反応化学ストリームを少なくとも2つのサブストリームに分離することと

、

(i) 少なくとも一つのサブストリームを少なくとも一つの出口ポートから放出させることとを含む一連のユニット動作により化学薬品を処理する手段とを具備する一体構造。

【発明の詳細な説明】

総合化学処理装置及びその準備のためのプロセス

発明の分野

本発明は、化学処理ユニットを一体構造に総合する小形化学処理装置及び製造プロセスに関する。さらに詳細には、本発明は、通過する化学薬品の処理パラメータの制御の精度の改良、動作の安全性の向上、及び資本投資の低減を特徴とする化学処理装置に関する。

発明の背景

効率的な化学処理及び製造を達成するために、温度、圧力、混合条件、触媒物質への反応物の露呈、化学線への反応物の露呈、並びに反応生成物の分離を達成するための条件の如く多数のパラメータを正確に制御することが必要である。

従来の処理機器は、多数の不都合を被る。化学産業において、実験室ベンチスケールから商業生産規模への「拡大」は困難であることが、長いこと認識されてきた。実験室において達成された結果は、しばしば、生産施設の生産率で複製することが困難である。「規模の経済性」の従来の理念は、生産率（単位時間当たりの生産単位）を資本投資に関連させる経済的考察に基づく。この従来の接近方法は、化学処理の制御の最適精度を低下させる。

従来の化学処理機器は、一般に、比較的多量の材料を保持し、結果的に、比較的大きな容積対表面積比を有する。このため、そのような機器内に包含された反応物質の種々の部分は、種々の条件履歴にさらされやすい。例えば、従来のタンク反応器の場合に、反応器の壁における温度

条件が十分に制御される時さえも、反応器の壁にあまり近接しない反応物の部分は、特に化学反応が強く発熱を伴うならば発生する大きな温度こう配が存在するならば、種々の温度履歴を経る。反応物の急速な攪拌は、この温度履歴差を縮小するが、それを除去しない。非均質温度履歴の結果として、反応物の種々の部分は、別様に化学的に反応する。非所望の反応が、所望の温度よりも高い温度の履歴にさらされる反応物の部分において発生する。これは、危険で、適切に処置されなければならない非所望の廃棄物を産出する。極端な状況において、反応率は

、非可制御レベルにまで加速され、潜在的な爆発の如く、安全災害を引き起こす。

しかし、処理装置の容積対表面積比が実質的に縮小されるならば、反応物の温度履歴の均質性の制御の精度は、実質的に改良される。

高度の乱流は、2つ以上の反応物を急速に混合する能力を高めることが認識された。急速混合は、高速作用化学反応物のために重要である。高度の乱流はまた、熱伝達を高めることが知られる。こうして、低い容積対表面積比と高乱流度を有する構造は、化学処理の正確な制御のために特に都合が良い。

小形化学反応器の如く個別ユニットが、DE 3, 926, 466における如く、溝付き金属板のスタックから作製された。また、熱交換器を溝付き金属ホイル又は板あるいはガラス板に結合した溝付きシリコンウェーハのスタックから構成することが知られる。構造における小さな精密内部チャネルの作製は、今まで困難であった。しかし、それは、ダイヤモンド先端金属加工機械工具では、作製技術により課せられた制約により、まっすぐなチャネルに主に限定された。そのような構造は、一般に、溝の各端部において多岐管を具える複数の密接な間隔の直線平行溝を有

する。しかし、そのような直線溝付き構造は、非常に高速な化学反応に対して必要と考えられる混合流における混合率と乱流度を達成しない。

高乱流を有する混合器組立体が、従来の金属加工技術を使用して、金属板において所望の通路と室を加工し、板をスタックに組み立て、スタックを締結するか、あるいは溶接又は半田付けによる如く、スタックを永久的に接合することにより構成された。例としては、米国特許3, 701, 619がある。従来の機械工具技術は、複雑な小形構造を経済的に形成することに十分に適合されないために、そのような構造は、特に小さな容積対表面積比を達成しない。そのような器具は、個別ユニットであり、化学処理及び製造のための一体構造ではない。

鋼及び特殊鉄合金の如く、従来の化学処理装置の構成材料は、さらに、腐食と摩耗を受け、触媒活動に非所望の影響を与え、又は触媒を「抑止」する。本発明の装置は、化学プロセスと融和性であるように選択された材料の範囲から作製さ

れる。装置を作製するために使用された特殊技術の幾つかは、選択された材料に左右される。

本発明は、特定の化学反応の必要性を満たすために、センサー及び制御要素と一つ以上のユニット動作を総合する能力を設ける。本発明の特徴は、それが、総合化学処理ユニットの商業容積生産版の最適動作パラメータを決定するための基本化学反応を行うために、所与の要素又は動作ユニットの精密サイズの範囲の構成のために実験室において経済的に使用されることである。本発明の付加特徴は、それが多重フェーズ材料を処理することである。本発明の利点は、多数の相互連結及び接合部の除去を含み、これにより、漏れの潜在性を縮小する。これらと他の目的、特徴及び利点は、発明の次の説明を参照してより良く理解されるであろう。

発明の要約

化学薬品の収容と放出のために形成された少なくとも一つの入口ポートと少なくとも一つの出口ポートを具え、一体に連結された複数のラミナ (lamina) を具備する化学処理及び製造のための一体構造が、開示及び請求される。ラミナは、処理される化学薬品を収納するために、少なくとも一つの3次元曲がりチャネルを形成される。望ましくは約10~約5000マイクロメートルの断面積のチャネルが、入口ポートと出口ポートに連結される。ラミナは、特定化学プロセスと融和性であるように選択された材料を具備する。少なくとも一つのユニット動作を行う手段が、化学薬品が処理される如く、所望の制御を行うように位置付けられる。

塩素 (Cl) と水 (H_2O) を生成するための塩化水素酸 (HCl) の酸化の如く、高温酸化反応のために適する材料の例は、シリコンの如く、周期表のIII、IV及びV族の物質である。 CF_3CH_2F を生成するための CF_3CH_2Cl のフッ素化の如く、フッ素化反応のために適することが判明した材料の例は、炭化ケイ素、炭化タンゲステン、アルミナ及びサファイアの如く、セラミックである。ジクロロジメチルシラン ($DCDMS$) の光塩素化の如く、光化学反応のために適する材料の例は、熔融石英、純シリカガラス及びホウケイ酸ガラスの如く、ガ

ラス材料である。たん白質から他の物質へのたん白質分解酵素変換の如く、生物化学反応のために適することが見いだされた材料の例は、ポリスチレン、ポリエステル、ポリアミド、及びポリテトラフルオロエチレンポリマーの如く、ポリマーである。高圧プロセス条件のために適する材料の例は、

繊維強化ポリマーとセラミックの如く、複合材料である。要求の低いプロセス条件のために適する材料の例は、金属である。

一体構造の好ましい実施態様において、ラミナが、複数のユニット動作を収容するように配置される。加えて、チャネルが、隣接ラミナの間に正確に方向付けられる。これらのチャネルは、該ラミナに沿って連続又は不連続である。不連続チャネルは、連続経路を形成するために十分な隣接ラミナの間に連続的に整列される。

発明の一体構造は、

(a) 頂部と底部を有し、所望の経路を形成するために十分な所望の厚さを有する複数のラミナを最初に処理することを具備するプロセスにより準備される。

(b) ラミナは、化学薬品の収容と放出のための少なくとも一つの入口ポートと少なくとも一つの出口ポートを形成するために、正確な整合において積み重ねられ、一体に結合される。経路は、処理される化学薬品を収容するために少なくとも一つの3次元曲がりチャネルを形成する。望ましくは約10～約5000マイクロメートルの断面積のこのチャネルは、入口ポートと出口ポートに連結される。ラミナは、特定化学プロセスと融和性であるように選択された材料を具備する。

(c) 最後に、少なくとも一つのユニット動作を行うための一つ以上の手段が、化学薬品が処理される如く、所望の制御を行うように位置付けられる。

経路を形成するためのラミナの処理は、(半導体材料のウェーハを処理するために使用される)化学エッチング、電解加工(ECM)、放電加工(EDM)、レーザー切断、穴あけ及び切削、(セラミック部品を

作製するために使用される)研削及び単一ダイヤモンド点カッティングを含む減

法プロセス、電型法、選択メッキ法、化学蒸着法、ステレオリソグラフィック光形成、及び溶接の如く堆積プロセスを含む加法プロセス、及び成型、鋳造、及びスタンピングの如く形成プロセスのグループから選択された手順によって行われる。耐摩耗被覆は、薄膜の形式において、結合前に処理済ラミナ上に随意的に堆積される。

一体構造を準備するためのプロセスにおいて、隣接ラミナの対向表面における経路は、所望の断面積を有するラミナの平面において構造を通った通路を形成する。これらの平面通路は、相互に連結され、かつ、所望の全3次元曲がり形状を有する通路を形成するために一つ以上のラミナを通過するラミナの平面に直交する通路と連結される。ここで使用された用語「3次元曲がり」は、通路が二股、分岐、交差、又は内曲し、通過される化学薬品の所望の流れ特性を達成するために一定又は可変断面形状及びサイズである特性を含むことを意図される。

上記の装置は、化学処理及び製造のための方法において使用される。方法は、
(a) 上記の構造の入口ポートに処理される一つ以上の化学薬品を導入することと、
(b) 一つ以上の化学薬品を収容するように特別に適合された少なくとも一つの曲がりチャネルを横断するように一つ以上の化学薬品を指向させることと、
(c) 一つ以上の化学薬品に対する次のユニット動作の少なくとも一つを行う手段により、曲がりチャネルを通った一つ以上の化学薬品の横断を調整することと、

A - 混合、

B - 熱交換、

C - 分離、

D - 触媒反応、

E - 非触媒反応、

F - 光化学反応、

G - 電気化学反応、

(d) 出口ポートから一つ以上の処理済化学薬品を回収することとを具備する。

この処理は、処理される一つ以上の化学薬品に作用されるユニット動作による曲がりチャネルの設計の調整を特徴とする。

これらのユニット動作の各々は、個別に、あるいは同一又は異なる装置における他のユニット動作と結合して行われる。この発明の構造は、連続又は半連続動作のために特別に適する。

発明は、次の如く記載された添付の図面に関連した次の詳細な説明からさらに十分に理解される。

図面の簡単な説明

第1図は、本発明の装置の斜視図である。

第2図は、構造を形成するために使用されたラミナの上面を示す、上から見た時の装置の分解斜視図である。

第3図は、構造を形成するために使用されたラミナの下面を示す、下から見た時の装置の分解斜視図である。

第4図は、第1図の切断線4-4に沿って取った拡大第1断面図である。

第5図は、第1図の切断線5-5に沿って取った拡大第2断面図であ

る。

第6図は、すきまチャネルの一般配置と電気加熱器を形成する金属化パターンを示す、第1ラミナの下面と第2ラミナの上面を示す装置の部分の分解斜視図である。

第7図は、混合要素の配列と分配多岐管を形成する経路の配置を示す装置の第2ラミナの底部と第3ラミナの頂部の分解斜視図である。

第7A図は、単一T混合器と単一蛇行混合要素の組み合わせを形成する経路の配置を示す第7図の部分の拡大斜視図である。

第8図は、収集多岐管を形成する経路の配置を示す装置の第3ラミナの底部と第4ラミナの頂部の分解斜視図である。

第9図は、第1熱障壁を形成する経路の配置を示す装置の第4ラミナの底部と第5ラミナの頂部の分解斜視図である。

第10図は、第1熱交換器組立体を形成する経路の配置を示す装置の第5ラミ

ナの底部と第6ラミナの頂部の分解斜視図である。

第11図は、螺旋分離器組立体を形成する経路の配置を示す第6ラミナの底部と第7ラミナの頂部の分解斜視図である。

第12図は、第2熱障壁を形成する経路の配置を示す装置の第7ラミナの底部と第8ラミナの頂部の分解斜視図である。

第13図は、第2熱交換器組立体の第1部品を形成する経路の配置を示す装置の第8ラミナの底部と第9ラミナの頂部の分解斜視図である。

第14図は、第2熱交換器組立体の第2部品を形成する経路の配置を示す第9ラミナの底部と第10ラミナの頂部の分解斜視図である。

第15図は、螺旋パス光化学反応器組立体を形成する経路の配置を示す第10ラミナの底部と第11ラミナの頂部の分解斜視図である。

第16図は、触媒反応室を形成する経路の配置を示す、第10ラミナの底部と第11ラミナの頂部の第1代替配置の分解斜視図である。

第17図は、電気化学反応室を形成する経路の配置を示す、第10ラミナの底部と第11ラミナの頂部の第2代替配置の分解斜視図である。

発明の詳細な説明

考えられるすべての又はほとんどすべての化学反応を行うように容易に適合されることが、この発明の装置の特徴である。処理される個々の化学薬品、又は反応される2つ以上の化学薬品の物理及び化学特性により、技術における当業者は、曲がりチャネルの必要なサイズ、形状とスループット、及び多様なラミナの数と幾何形状を有する装置を設計することができる。ユニット動作手段の形式と位置は、設計された装置に適合され、それと統合される。最後に、所望ならば、装置の配列は、順次及び／又はタンデム動作において連結される。この発明の総合構造の構成材料、好都合なサイズ及び適合性のために、柔軟性の向上、始動の容易性及び資本間接投資の低減により、目標プロセスの試験工場又は商業運転をより迅速に始めることができる。これは、ほとんど任意の化学プロセスを行うための構造及び設計パラメータの特別な適合性のために、すべて可能である。

本発明は、(1)混合及び熱伝達を高める高度の乱流を生成し、(2)温度こ

う配を最小にし、さらに、熱伝達を高める非常に低い容積対表面積比を有し、（
3）処理される反応物の全容積の各部分に対して、より正確な温度制御とより一様な温度履歴を達成するために、材料の滞留時間を制御する複雑な3次元形状の小チャネルを特徴とする。火炎の伝搬を許容しない十分に小さなチャネルが、容易に形成され、こうして、潜

在的に爆発性の化学反応物に安全に反応するために使用される。

本発明の構造は、多段階作製プロセスによって達成される。まず、一連の平面ラミナ又はウェーハが、各ラミナの一方又は両方の主表面において、あるいはラミナの厚さで、所望の経路パターンを形成するために処理される。ラミナ材料の選択は、化学プロセスとの融和性による。ここで使用された如く、用語「化学プロセスとの融和性」は、化学減成への抵抗、温度と圧力の如く動作条件、熱伝導必要条件、サイズ、幾何形状及び精度等のラミナにおいて生成される必要な特徴、ラミナ材料の密封性、及び経済的考察を含む。例えば、単結晶シリコンウェーハの如く、半導体電子構成要素を作製するために使用されたものに類似するウェーハが使用される。シリコンの如く材料に対して、半導体材料のウェーハを処理するために使用される化学エッチングと、セラミック部品を作製するために使用されるレーザー穴あけと切削を含む技術の組み合わせが、通路を形成するために使用される。

ラミナが、続いて、精密な整合において積み重ねられ、（例えば、熱融着、陽極結合、接着結合、合金結合、及びクランピングにより）一体構造に接合される。ここで請求された如くラミナの「複数」により、一体構造が適切に接合された2つ以上のラミナから成ることが理解される。第1図の例において示された如く、11個のラミナが、装置として接合され、最初及び最終ラミナは、外側グループを形成し、そして残りのラミナは、内側グループを形成する。外側グループは、シリコン、又は金属、セラミック、複合材料又はガラスの如く保護材料であり、一方、内側グループは、シリコンである。達成された結合の強度はラミナ自体の強度に近いために、内側グループがシリコンから作られるならば、熱融

着が、ラミナを接合する好ましい方法である。

本発明は、好ましくは、特定化学プロセスと融和性であるように選択された材料を使用する。周期表のIII、IV及びV族の材料、最も好ましくはIVA族の材料、さらに最も好ましくはシリコンとゲルマニウムは、多数の化学プロセスと融和性があることが判明した。ある化学プロセスに対して、シリコンと類似の材料は、鋼と特殊金属合金の如く従来の反応器材料よりも多数の利点を有し、腐食と摩耗に特に耐性がある。必要ならば、酸化ケイ素、窒化ケイ素、炭化ケイ素又は合成ダイヤモンドの如く表面層が、ラミナ上に形成され、腐食と摩耗への耐性を強める。

シリコン及び類似の材料は、熱分布を高め、一様温度を促進する高熱伝導率を有する。シリコンは、比較的低い熱膨張率を有し、大きな温度こう配と急速な温度変化を許容する。高い熱伝導率と大きな温度こう配の許容性は、熱障壁を創設するために構造内に真空排気室を形成し、種々の温度において総合ユニットの種々の部品を維持することにより、利用される。こうして、入り化学反応物は、例えば、低温において混合され、急速に加熱され、完全に反応され、その後、急速に冷却され、非所望の化合物の形成又は所望の生成物の熱減成を防止する。

高品質材料の豊富な供給と十分に開発された処理技術の長い歴史が、半導体電子産業内で使用されるように利用可能である。多重層固体、耐漏モノリシック構造を形成するためにシリコンと他のIII、IV及びV族材料を融着するための特異な能力は、複数の単純ウェーハから小形で、本質的に安全な複合化学処理装置の経済的な作製を容易にする。

ここで使用された如く、「ユニット動作」を行う装置は、触媒、非触媒、光化学、電気化学、及び同様の形式の、混合器、流れ分布チャネル、

熱交換器、分離器及び反応室を含む。

ユニット動作を制御する手段は、圧力センサー、温度センサー、流量センサー、及び化学組成センサーの如くプロセスモニター、及び処理パラメータを効果的に制御するために弁、ポンプ及び加熱器／冷却器の如く制御装置とこの一体構造において組み合わされる。そのような手段は、化学薬品における所望に応じて（

単独又は他の手段と組み合わせて) 特定機能を行う。そのような一例は、一体的温度制御の分離である。単一化学処理ユニットへの動作のすべての総合は、先行システムよりも動作パラメータのより正確な制御、パス長の縮小、こうして、化学薬品の減成のための機会の縮小、入り物質を予熱するための反応熱の使用、こうして、エネルギー必要条件の縮小の如く付加的利点を設ける。加えて、ユニット動作を行う手段は、一体構造に必ずしも固定されるわけではない。そのような手段は、例えば、温度制御手段として水浴を使用する如く、構造の外部にある。

対象の化学プロセスに対して触媒活動がなく相対的に不活性の材料が選択される。それから、所望の活動度を有する触媒が、総合化学処理ユニットに容易に混入される。

触媒活動を総合構造に組み入れる一般手段は、チャネルのセグメントに触媒ビードを詰めるか、又はチャネルの表面へ触媒物質を堆積することである。そのようなユニット動作を達成するために、技術における当業者には多様な技術が利用できる。

本発明の例において記載された作製方法は、化学処理機器のために特異的に適する材料において精密で複雑な形状のチャネル又は他の構造の単純な大量生産を許容する。作製方法は、臨界特徴の精密な複製を容易

にし、その結果、多量の化学薬品が、処理された化学薬品の所望の生産率を達成するために必要な回数だけ特徴を単純に複製することにより処理される。小形の総合構造において所与のプロセスのために必要な動作を据えることにより、所与の化学薬品のさらに増大した容積の生産は、単に、総合化学処理ユニットを複製又は概算し、複製ユニットを並列に動作させる事になる。従来の化学処理において現在使用される大形多リットルタンクを拡大することとは反対に、この発明は、複製により概算することにより、段階的投資と小分布処理工場のための大きな柔軟性を設ける。消費位置において需要により化学薬品を作ることは、出荷をなくし、危険な化学薬品の集中製造及び分配に関連した危険を取り扱う潜在性を保持する。

安全性は、ほんの少量の材料が小形反応器要素において処理される時、幾つか

の方法において高められる。チャネルの小サイズは、火炎の伝搬を防止し、こうして、爆発の潜在性を大きく縮小又は除去し、そして装置内の化学物質の全容積は、小さく、潜在的なこぼれ又は爆発の大きさを縮小する。これは、伝統的な処理接近方法を使用して、以前は安全に行うことができなかった商業規模における化学作用を安全に行う潜在性を創設する。小さな精密反応器の使用による化学反応をより精密に制御する能力はまた、廃棄物を生成し、化学処理ユニットの汚れにつながる非所望の副反応の潜在性を最小にする。本発明は、こうして、生産性を増大させ、危険を縮小する。

次の詳細な説明を通じて、類似の参照文字は、図面の全図において同様の要素を参照する。1～99の参照文字は、発明の全特徴を参照する。ラミナは、100、200、300、400、500、600、700、

800、900、1000と1100と番号付けされ、そして各それぞれのラミナにおける特定の特徴は、101～199、201～299、等と番号付けされ、最後の2桁は、発明の全特徴に対応する。接尾文字”V”は、構造を通してヴァias又はインターラミナ垂直経路を指定するために使用される。ハイフンと番号（-1、-2、等）を具備する接尾辞は、分岐多岐管の個別分岐の如く、特定要素の部分指定のために使用される。曲線状の括弧 {} は、結晶材料における結晶面を指定する。

第1図を参照すると、本発明の例としての装置10が示される。この装置10は、一体構造を形成するために、外側グループ12と内側グループ14の2つのグループを融合して成る複数のラミナから構成される。一つ以上の入口ポート20と24は、装置内への反応物の流入を可能にし、そして一つ以上の出口ポート30と34は、装置からの合成反応生成物の流出を可能にする。入口ポート20、24と出口ポート30、34は、必ずしも、外側グループを通して位置付けられる必要はないことが認められる。これらの要素は、例えば、ラミナの側部において一体構造と交差するように設計することができる。外側グループ12と内側グループ14のラミナは、同一又は異なる材料から成る。第1ラミナ100と第11ラミナ1100から成る外側グループ12は、金属、セラミック又はホウケ

イ酸ガラスの如くガラス材料から成るか、又は周期表のIII、IV又はV族からの材料から成る。下記の特化化学プロセス例に対して、ホウケイ酸ガラスが、好ましい材料である。例示の装置の内側グループ14は、同様にウェーハ200、300、400、500、600、700、800、900と1000と呼ばれるラミナから成る。内側グル

ープは、好ましくは、特定化学プロセスと融和性であるように選択された材料から成る。下記の特化化学プロセス例に対して、内側グループのラミナは、好ましくは、周期表のIII、IV又はV族から選択され、より好ましくは、IVA族から選択され、シリコンが最も好ましい材料である。切断線4-4と5-5は、2つの後続の図の断面図の位置を描く。

装置の例示の機能特徴が、次の如く、第2図と第3図に示される。ウェーハ100の底部における対応するすきま経路とウェーハ200の頂部における金属化パターンによって形成した電気加熱器36と、ウェーハ200の底部とウェーハ300の頂部において経路によって形成した2つの入口分配多岐管40、44と、ウェーハ200の底部とウェーハ300の頂部における対応する経路によって形成した混合器／反応室の配列60と、ウェーハ300の底部とウェーハ400の頂部における対応する経路によって形成したフォーク形状出口収集多岐管50と、ラミナ400の底部とラミナ500の頂部における真空排気室72（第9図）によって形成した第1熱障壁70と、ウェーハ500の底部とウェーハ600の頂部における経路によって形成した第1熱交換器74と、ウェーハ600の底部とウェーハ700の頂部における経路によって形成した螺旋分離器78と、ラミナ700の底部とラミナ800の頂部における真空排気室84（第12図）によって形成した第2熱障壁82と、ウェーハ800の底部とウェーハ900の頂部及びウェーハ900の底部とウェーハ1000の頂部における経路によって形成した第2熱交換器86と、ウェーハ1000の底部とウェーハ1100の頂面における経路によって形成した螺旋光化学反応器室90とである。

第4図と第5図において、垂直スケールが、例示の明確性のために誇

張される。装置のラミナは、完全に作製された時一体構造に融合されるが、例示の明確性のために、ラミナの間の界面が、第4図と第5図において示される。

構造の内部における一般流路を示す第4図と第5図において、外側ラミナ100における入口ポート20、24と出口ポート30、34とそれぞれ連結する垂直通路又はヴィアス20V、24V、30V、34Vは、一般に、ウェーハの頂部側を研削又は穴あけすることにより形成される。電気加熱器36は、ラミナ100の底面における対応する鏡像すきま経路136（第6図）とラミナ200の頂面における金属化パターン236（第6図）によって形成される。例示の装置におけるすきま経路136は、エッチング技術を使用して形成される。ラミナ200の頂面における金属化パターン236は、タングステンヘキサフルオライドと水素を使用して、標準タングステン化学蒸着技術により形成される。

第4図において、分配多岐管40の分岐である3つの通路40-1、40-2、40-3と、分配多岐管44の分岐である3つの通路44-1、44-2、44-3が、ラミナ300の頂面において形成される。収集多岐管50の分岐である5つの通路50-1、50-2、50-3、50-4、50-5は、それぞれ、ラミナ300の底面における対応する鏡像経路350-1、350-2、350-3、350-4、350-5（第8図）と、ラミナ400の頂面における経路450-1、450-2、450-3、450-4、450-5（第8図）によって形成される。

第5図において、5分岐収集多岐管50の中央分岐を具備する第3水平通路50-3（第8図）の中央軸は、断面図の平面にある。水平通路

50-3は、ラミナ300の底面における経路350-3（第8図）とラミナ400の頂面における経路450-3（第8図）の対応する鏡像経路によって形成される。例示の装置における5分岐収集多岐管50を具備する通路は、エッチング技術を使用して形成される。

第5図において、分配多岐管40、44（第4図と第7図）の分岐40-1、44-1、40-2、44-2と40-3、44-3とそれぞれ組み合わせた通路260A、260B、260C、260Dは、T混合器構造62のグループを

形成し、その動作は、第7図と第7A図に関連して続いて記載される。ラミナ200の底部における通路264とラミナ300の頂部における通路364は、混合室64を形成するために協働する。

第5図の左側に、入口ポート20を多岐管40の共通室40Cと連結するためにラミナ100、200を貫通し、ラミナ100、200における対応して位置付けられた経路120V、220Vによって形成された垂直通路20Vが示される。

第5図の右側に、入口ポート24を多岐管44の共通室44Cと連結するためにラミナ100、200を貫通し、ラミナ100、200における対応して位置付けられた経路124V、224Vによって形成された垂直通路24Vが示される。分岐多岐管50の中央水平通路50-3は、それぞれ、ラミナ300の底面とラミナ400の頂面における対応する鏡像経路350-3と450-3（第8図）によって形成される。

第5図の左側に、第2熱交換器86を多岐管50と連結するためにラミナ400、500、600、700、800を貫通している垂直通路50Vが示される。垂直通路50Vは、ラミナ400、500、600、

700と800におけるそれぞれ対応して位置付けられた経路450V、550V、650Vと750V、850Vによって形成される。

第6図は、電気加熱器を形成するために協働するすきまチャネルの一般配置と金属化パターンを示す。図示の電気加熱器36は、ラミナ200の頂面上に堆積された金属化パターン236と、ラミナ100の底面におけるすきま経路136とから成る。組み立てられた時、すきま経路は、2つのラミナの平面を結合させる。ラミナ100の底面又はラミナ200の頂面におけるエッチングされた経路において金属化パターンを形成し、金属化パターンの頂面をラミナの表面と同一高さにする如く、代替配置が使用される。

第7図は、混合器室の配列と分配多岐管を形成するために協働する経路の配置を示す。第1分配多岐管40は、共通室40Cと分岐通路40-1、40-2、40-3から成る。第2ラミナ200の底面における室240Cは、ウェーハ3

00の頂部における室340Cと組み合わせて、室40Cを形成する。ウェーハ300の頂部における経路340-1、340-2、340-3は、分配多岐管40の分岐40-1、分岐40-2と分岐40-3をそれぞれ形成する。また、入口ポート20を共通室40Cと連結する垂直経路20Vの開口が示される。

第2分配多岐管44は、共通室44Cと分岐通路44-1、44-2、44-3から成る。第2ラミナ200の底面における室244Cは、ウェーハ300の頂部における室344Cと組み合わせて、室44Cを形成する。ウェーハ300の頂部における経路344-1、344-2、344-3は、分配多岐管44の分岐44-1、分岐44-2と分岐44-3をそれぞれ形成する。また、入口ポート24を共通室44Cと連結

する垂直経路24Vの開口が示される。

一連の区分化経路264は、混合器配列60の一連の混合要素64を形成するために、ラミナ300の対応する区分化経路364と協働する、第2ラミナ200の底面において形成される。混合器配列60は、多重並列混合器64の多重グループ60A、60B、60C、60Dを具備する。図示の特定実施例において、各グループにおいて5つの混合器があり、それぞれ、64A-1、64A-2、64A-3、64A-4、64A-5ないし64D-1、64D-2、64D-3、64D-4、64D-5と指定される。第7図は、前述の室240Cと244Cを示す。

各混合器64は、第2ラミナ200の底部において形成した第1経路264と第3ラミナ300の頂部において形成した第2経路364の2つの経路から成る。第1及び第2経路は、各々、連続パスを形成するために一緒に連結した互いに交互の一連の直線セグメントから成る。第1及び第2経路は、セグメントが交差する如く、縦方向にオフセットされたセグメントとの突き合わせ表面において位置付けられる。全体混合器64は、蛇行パス（第5図に最良に示される）を有するとして記載される。

4つの経路260A、260B、260Cと260Dは、それぞれ、多岐管40の分岐40-1、40-2、40-3、多岐管44の分岐44-1、44-2

、44-3、及び一連のT混合器62を形成するために各セグメント化経路364の第1セグメントと協働する。各第1セグメント364は、こうして、各T混合器62を混合器配列60の各蛇行混合器64と連結する。第7A図に最良に見られる如く、各経路260

は、多重セグメント264と364から成る蛇行混合器64と連結するT混合器62を形成するために、多岐管40、44と各セグメント化経路364の第1セグメントと協働する。また、第7A図に見られる如く、多岐管40とセグメント364の間と多岐管40とセグメント44の間の経路260の各部分は、混合される各化学薬品の所望の流量率を設けるために異なる断面サイズである。セグメント264と364の数と各セグメント264と364の断面サイズは、処理される化学薬品の混合必要条件及び流量特性に応じて選択される。

第8図は、分岐された可変断面サイズを有する収集多岐管50を形成するために協働する経路の配置を示す。分配多岐管50は、共通室50Cと分岐通路50-1、50-2、50-3、50-4と50-5から成る。垂直経路64A-1V、64A-2V、64A-3V、64A-4Vと64A-5Vは、通路264Aを収集多岐管分岐50-1、50-2、50-3、50-4と50-5とそれぞれ連結する。垂直経路64B-1V、64B-2V、64B-3V、64B-4Vと64B-5Vは、通路264Bを収集多岐管分岐50-1、50-2、50-3、50-4と50-5とそれぞれ連結する。垂直経路64C-1V、64C-2V、64C-3V、64C-4Vと64C-5Vは、通路264Cを収集多岐管分岐50-1、50-2、50-3、50-4と50-5とそれぞれ連結する。垂直経路64D-1V、64D-2V、64D-3V、64D-4Vと64D-5Vは、通路264Dを収集多岐管分岐50-1、50-2、50-3、50-4と50-5とそれぞれ連結する。垂直通路50Vは、収集多岐管50を、第15図に関連して記載される光化学反応器90と連結する。

第9図は、第1熱障壁70を形成するために協働する室72の配置を示す。ウェーハ400の底部にエッチングされた室472は、ウェーハ500の頂部にエ

ッチングされた室572と位置合わせされ、室72を形成するために協働する。結合プロセス中、ウェーハは、真空室に置かれ、その結果、真空が室72の各々において存在する。真空は熱を容易に伝えず、ウェーハ400の底部とウェーハ500の頂部の間にほとんど接触領域はないために、化学処理ユニット内の垂直の熱流を大きく縮小する熱障壁が創設される。これは、電気加熱器36と混合器配列60の組み合わせを、化学処理ユニットの残部から効果的に熱絶縁する。

第10図は、第1熱交換器組立体74を形成する経路の配置を示す。熱交換器室574は、ウェーハ500の底面において形成される。一連のチャネル74Cとメサ74Mが、ウェーハ600の頂面において形成され、有効表面積を増大させ、熱伝達を高める。入口ポート75（第1図）が、対応する経路575と675によって形成され、そして出口ポート76が、対応する経路576と676によって形成される。対応する経路574Tと674Tによって形成された熱電対ウェル74Tは、熱交換器の温度を監視することを容易にするために設けられる。外部流れ制御手段（不図示）は、熱交換器の温度を制御するために使用される。動作において、熱交換流体流が、入口ポート75に流入し、チャネル74Cを通過してメサ74Mの回りを通過し、出口ポート76から流出する。2つの通路77-1と77-2は、下記の垂直通路78V-1と78V-2を、垂直通路30Vと34Vにそれぞれ連結する。

第11図は、螺旋分離器組立体78を形成するために協働する、ウェーハ600の底部とウェーハ700の頂部における経路の配置を示す。

等方性エッチング技術を使用して、短い出口パス678は、ウェーハ600の底面においてエッチングされ、そして長い螺旋パス778は、ウェーハ700の頂面においてエッチングされる。垂直通路88Vは、ウェーハ700を貫通し、第2熱交換器の出力を螺旋分離器78の入口と連結する。垂直通路78V-1と78V-2は、分離器の出力を通路77-1と77-2にそれぞれ連結する（第10図）ためにウェーハ600を貫通する。

第12図は、第9図に関連して記載されたものに類似する方式で、第2熱障壁82を形成する室84の配置を示す。ウェーハ700の底部にエッチングされた

室784は、ウェーハ800の頂部にエッチングされた室884と位置合わせされ、室884を形成するために協働する。結合プロセス中、ウェーハは、真空室に置かれ、その結果、真空が室884の各々において存在する。真空は熱を容易に伝えず、ウェーハ700の底部とウェーハ800の頂部の間にほとんど接触領域はないために、化学処理ユニット内の垂直の熱流を大きく縮小する熱障壁が創設される。これは、第1熱交換器74と螺旋分離器78の組み合わせを、化学処理ユニットの残部から効果的に熱絶縁する。

第13図と第14図は、第2熱交換器組立体86（第2図と第3図）を形成する経路の配置を示す。熱交換器86は、混合されたがまだ反応していない反応物が流れる第13図の通路87と、化学的に反応した物質が流れる第14図の通路88とを具備する。この熱交換器は、光化学反応器から流れる化学的に反応した物質と混合器配列60（第7図）から垂直通路50Vを通過して熱交換器に流入する混合された反応物の間で熱を伝達する。第13図に見られる如く、（987Cによって形成した）

一連のチャネル87Cと（987Mによって形成した）メサ87Mは、ウェーハ900の頂面において特徴付けられ、有効表面積を増大させ、熱伝達を高める。

第14図に見られる如く、一連のチャネル88Cとメサ88Mが、ウェーハ900の底面において形成され、そして室89は、ウェーハ1000の頂面において形成される。ウェーハ900の底部におけるチャネル88Cとメサ88M、及びウェーハ900の頂部におけるチャネル87Cとメサ87M（第13図）は、ウェーハ900を通過した熱伝達を高めるために有効表面積を増大させるために役立つ。動作において、反応した物質は、光化学反応器90から垂直通路90Vを通過して通路88に流入する。それから、この物質は、チャネル88Cを通過してメサ88Mをわたって垂直通路88Vに流入する。

第15図は、光化学反応器90を形成する折り畳み螺旋経路の配置を示す。動作において、混合された物質は、垂直通路87Vを通過して螺旋に流入し、反時計回り方向にウェーハの中心に向かって螺旋状に流れ、方向を逆転させ、時計回り方向に外側に螺旋状に流れ、垂直通路90Vを通過して流出する。化学線99（第

1 図) の一般に紫外線の外部源は、透明外側ラミナ 1 1 0 0 を通過し、螺旋光化学反応器 9 0 における物質を照射し、所望の化学作用を誘発する。

第 1 6 図は、光化学反応器 9 0 の代わりに使用される触媒反応器 9 0' の第 1 代替配置を示す。反応器チャネル 9 0-1'、9 0-2'、9 0-3'、9 0-4'、9 0-5'、9 0-6'、9 0-7' と 9 0-8' は、触媒ビード (不図次) を詰め込まれるか、又は触媒物質の一つ以上の層が、これらのチャネルの表面上に堆積される。動作において、

混合された物質は、垂直通路 8 7 V を通って触媒反応器 9 0' に侵入し、室 9 0 C 1' に流入し、反応器チャネル 9 0-1' ないし 9 0-8' に分配される。反応した物質は、室 9 0 C 2' に流入し、垂直通路 9 0 V を通って流出する。

第 1 7 図は、光化学反応器 9 0 又は触媒反応器 9 0' のいずれかの代わりに使用される電気化学反応器 9 0'' の第 2 代替配置を示す。動作において、混合された物質は、垂直通路 8 7 V を通って電気化学反応器に侵入し、室 9 0'' に流入し、反応器チャネル 9 0-1''、9 0-2''、9 0-3''、9 0-4''、9 0-5''、9 0-6''、9 0-7'' と 9 0-8'' に分配される。図示された 2 つの相互に組み合う電極 9 0 E 1'' と 9 0 E 2'' の如く電極は、端子 9 0 T 1'' と 9 0 T 2'' によって外部電源 (不図示) に連結され、電流を混合した物質を通して流れさせ、化学反応を容易にする。反応した物質は、室 9 0 C 2' に流入し、垂直通路 9 0 V を通って流出する。電気化学技術における当業者には公知である如く、電気化学反応器は、代替的に随意的に形状付けられる。

総合学処理装置の多重ユニットは、順次又はタンデムにおいて使用される。各多重スキームは、いろいろな利益の中でも、スループットにおいて利点を与える。順次使用は、例えば、一ユニットが混合を行い、そして混合された物質が、加熱を行う次ユニットに通過される、等の場合である。タンデム使用は、例えば、すべてのユニットが配列として同じ機能を行う場合である。これらの概念は、例えば、タンデムにおける幾つかのユニットが、別に送られるタンデムユニットの全出力により動作を行う場合の如く、総合される。順次又はタンデムパターンの任意の数のユニットの組み込みは、所望の化学処理結果により、技術における当

業者により行われる設計選定である。

総合化学処理装置の動作

反応される2つの材料は、入口ポート20、24と垂直通路20V、24Vを
通って分配多岐管40、44と混合器配列60に流入する。加熱器36は、混合
器配列60を所望の温度に予熱する。混合された材料は、収集多岐管50におい
て収集され、垂直通路50Vを通過して第2熱交換器86に通過される。反応した
材料と交換された熱により所望の温度に調整された後、混合された材料は、垂直
通路87Vを通過して光化学反応器90に通過する。外部源99からの化学線は、
所望の反応を誘発する。反応された材料は、光化学反応器から垂直通路90Vを
通って第2熱交換器86に通過する。入り混合材料と熱を交換した後、反応した
材料は、垂直通路88Vを通過して螺旋分離器78に通過する。反応した材料に作
用する遠心力は、濃密部分を螺旋の外側に移動させ、螺旋678に侵入させ、垂
直通路78V-2に進ませる。濃密でない部分は、垂直通路78V-1に侵入す
る。第1熱交換器74は、螺旋分離器を所望の温度に維持する。入口ポート75
に侵入し、出口ポート76から排出される分離熱交換流体は、螺旋分離器78の
温度を制御するために使用される。78V-1を通過して流れる材料は、通路77
-1を通過し、垂直通路30Vを介して出口ポート30に達する。78V-2を
通過して流れる材料は、通路77-2を通過し、垂直通路34Vを介して出口ポー
ト34に達する。

定比弁、圧力、温度及び流量センサーの如く、付加的なマイクロ作製プロセス
制御要素が、本発明の構造に組み入れられる。これらの要素は、外部制御と使用
された時、熱交換器における流量、又は総合化学処理ユ

ニット内の反応物の滞留時間を規制する。加水分解、硝化、重合、及び酸化の如
く他の化学プロセスも、本発明の総合構造を使用して実施される。

作製方法

例示の化学プロセスの装置のための作製プロセスの大部分の段階は、一般に、
シリコンウェーハのための公知の半導体処理技術に対応する。各ウェーハの各側
面のためのパターンのフォトリソグラフィ技術は、非常に公知の計算機援用設計技術を使用

して準備される。{100}結晶面と主表面において他の方位を有するすでに研磨されたシリコンウェーハは、商業供給源から購入される。研磨されたウェーハは、まず、「RCAプロセス」の如く非常に公知の一般清浄技術を使用して清浄される。酸化膜は、非常に公知の標準技術を使用して、ウェーハ上に成長される。窒化層は、公知の化学蒸着法を使用して、酸化層上に堆積される。窒化層は、シリコンをエッチングするために使用されたエッチャントによる分解から酸化層を保護する。フォトレジストは、非常に公知のスピン被覆技術を使用して、フォトレジスト製造業者の指示に従って塗布される。

所望のパターンは、ウェーハの結晶面と正確に整合された所望のパターンの像を有するフォトツールでウェーハを最初にマスクすることにより形成される。パターンの直線部分は、一般に、{110}結晶面に沿って整合される。フォトレジストを露出し現像した後、非現像フォトレジストは、窒化/酸化膜層の一部を露出するために剥離される。露出された窒化/酸化膜は、最後に、所望のパターンの窒化/酸化膜ネガ像を形成するためにエッチングされる。

経路は、所望の経路の形状により等方性又は異方性エッチャントを選

択使用して、シリコンをエッチングすることによりウェーハの表面に形成される。湾曲形状は、等方性エッチャントを使用してエッチングされる。直線形状は、所望の断面形状経路により、いずれかのエッチャントを使用する。台形断面が望まれるならば、異方性エッチャントが使用される。

所与のウェーハが、同一エッチャントを使用して両主表面においてエッチングされるならば、ウェーハの両側面は、レジストでマスクされ、レジストは、各表面において所望のパターンを露出され、現像され、洗浄され、そして窒化物/酸化物は、両表面において同時にエッチングされる。それから、シリコンは、両表面において同時にエッチングされる。種々の形式のエッチャントがウェーハの各側において使用されるならば、第1エッチャントのためのすべての段階は完了され、その後、段階が、第2エッチャントに対して繰り返される。すべてのエッチング段階が完了された後、ウェーハの垂直通路又はヴィアスが、一般に、パルス化ネオジムYAGレーザー切断システムを使用して、ウェーハをレーザー切断す

ることにより形成される。レーザー切断の後、ウェーハは、切断くずを除去するために再び清浄される。ネガ像の残余の窒化層は、非損傷酸化層を露出する、沸騰りん酸の如く適切な溶剤を使用することにより、ウェーハから除去される。残余の酸化層ネガ像は、緩衝フッ化水素の如く、適切な溶剤を使用することにより、ウェーハから随意的に除去される。ウェーハは、上記の技術を使用して、再清浄される。

ラミナの外側グループのウェーハ又は板は、ラミナ材料に応じた技術を使用して作製される。III、IV又はV族物質から成る外側ラミナは、内側ラミナに類似するエッチング、研削、穴あけ及び研磨技術を使用して

処理される。ホウケイ酸ガラス又は石英ガラスから成る外側ラミナは、従来のガラス切断、穴あけ、研削及び研磨技術を使用して、作製される。

すべてのウェーハが個別に処理された時、内側グループのウェーハは、正確に整合させて注意深く積み重ねられ、融着される。良好な結合を達成するために、表面は、高度に平坦であるべきであり、そして各表面における酸化層は、非損傷であるべきである。シリコンは赤外線を幾らか透過するために、赤外線ビデオカメラを有する顕微鏡が使用され、各ウェーハにおいて随意的な位置合せ標識を有し、融着される前のウェーハの正確な整合を保証する。外側グループのラミナがガラスから成るならば、このラミナは、一度に一つずつ、内側ラミナの融解スタックに陽極結合される。

次の例は、ジクロロ（クロロメチル）メチルシラン（DCCMS）へのDCDMSの気相光塩素化のための実験装置の評価を示す。DCDMS光化学反応は、技術における当業者には容易に認められる如く、十分に理解された化学に基づいて実施される。DCDMS光化学反応は、液相反応において商業的に実施される。この反応の動作は、爆発性混合物を生じた。このため、安全の考察が、この反応における主な関心である。

3つのウェーハから成る装置は、10個の高速混合器と、シリコン基板にエッチングされた（第15図のものに類似する）螺旋光化学反応器チャネルとを有する。250ミクロン深、3mmの幅及び1900mmの長さの螺旋チャネルが、

(光室チャネルの創設のための等方性エッチング技術により) 形成された。実験装置による圧力降下は、5 p s i であった。精密レーザー穴あけが、融着されるシリコンウェーハ層の間に

ヴィアスを形成するために使用され、そしてシリコンへのホウケイ酸ガラスの陽極結合が、光室のための「窓」を創設するために使用された。

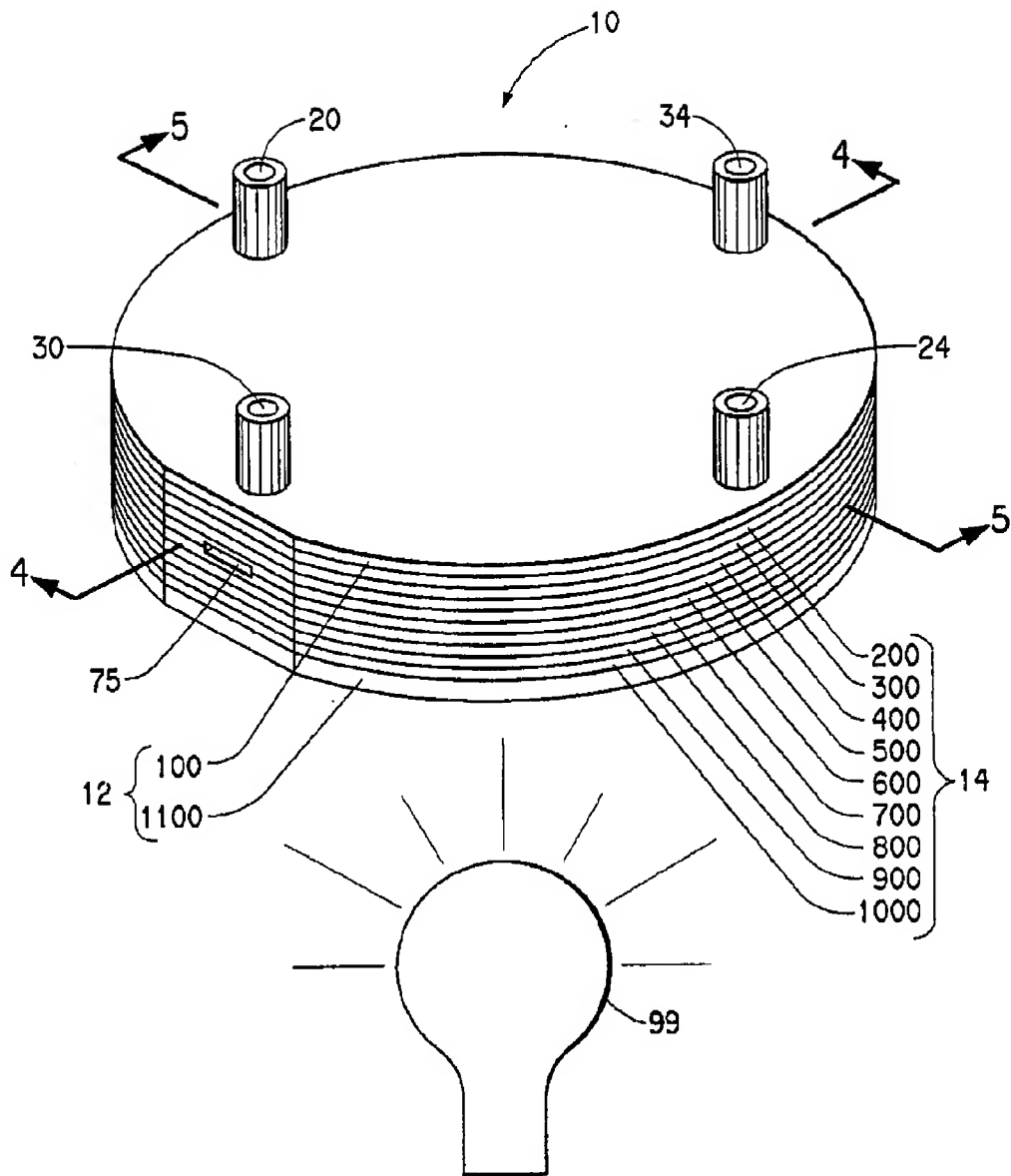
実験装置は、装置の温度を摂氏100度に維持する加熱板において締め付けられた。2.7グラム/分におけるDCDMSと1:10のモル比における塩素ガスが、装置の入口ポートに導入された。装置は、98.6%の収量において塩素の7.6%をDCCMSに変換した。反応質量に露出されたシリコン表面の検査では、見かけの化学分解は示されなかった。

これらの結果は、潜在的に危険な反応が、安全に行われ、従来のプロセスと同様の収量性能(光化学反応器において同様の変換割合とずっと少ない滞留時間)を獲得することを示す。

上記の本発明の教示の利益を有する技術における当業者は、多数の修正を行うことができる。そのような修正は、本発明の精神又は範囲に反することなく行われることが、容易に認められる。従って、そのような修正は、添付の請求の範囲において記載された如く、本発明の範囲内に包含されるものと解釈される。

【図1】

FIG.1



【図2】

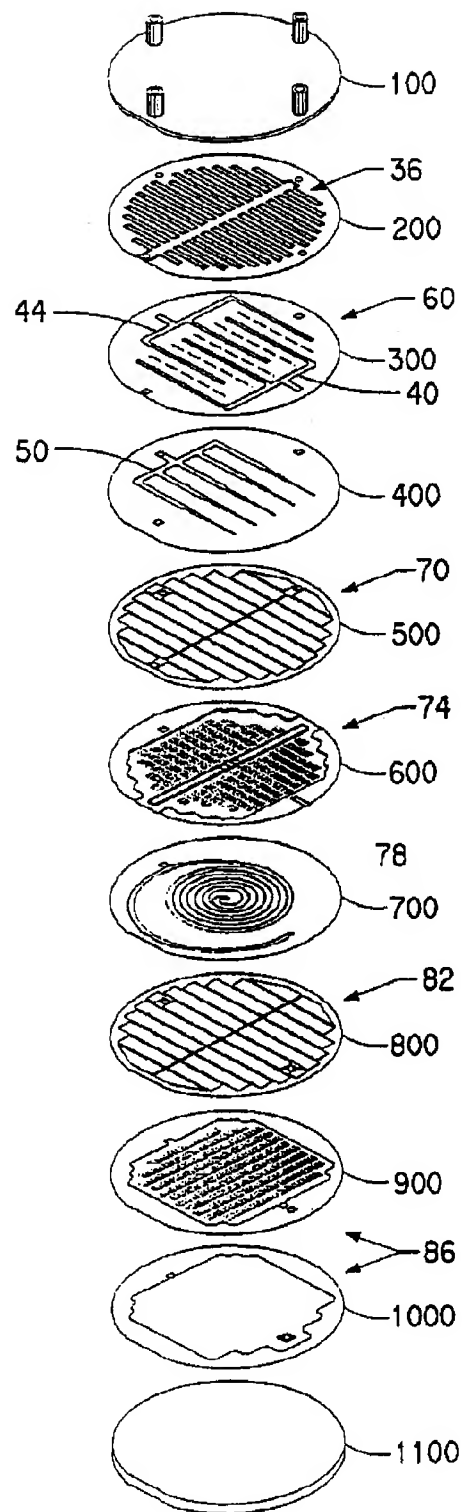


FIG.2

【図3】

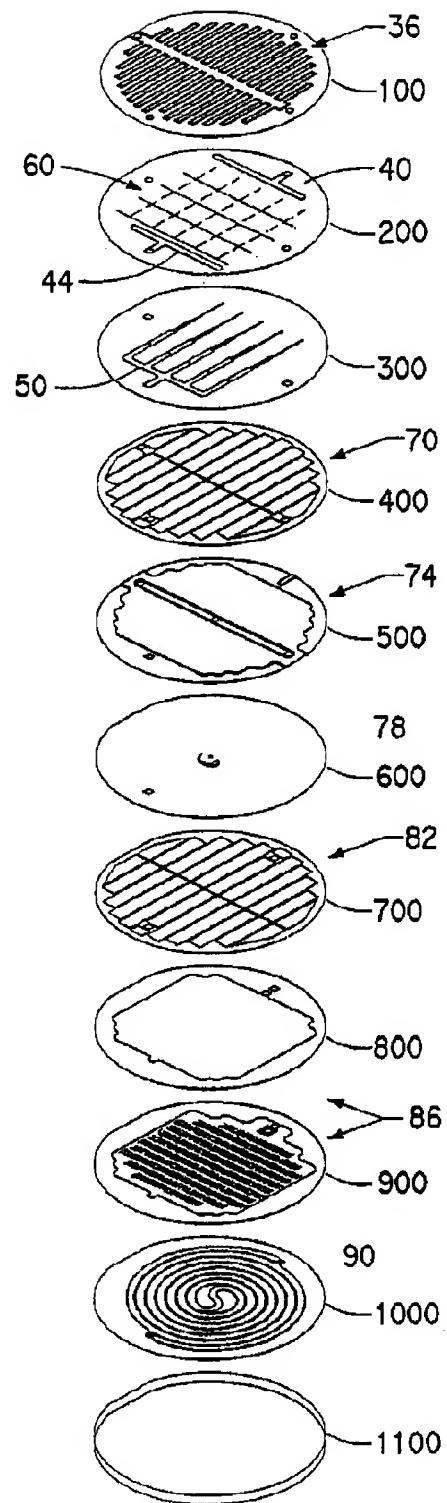
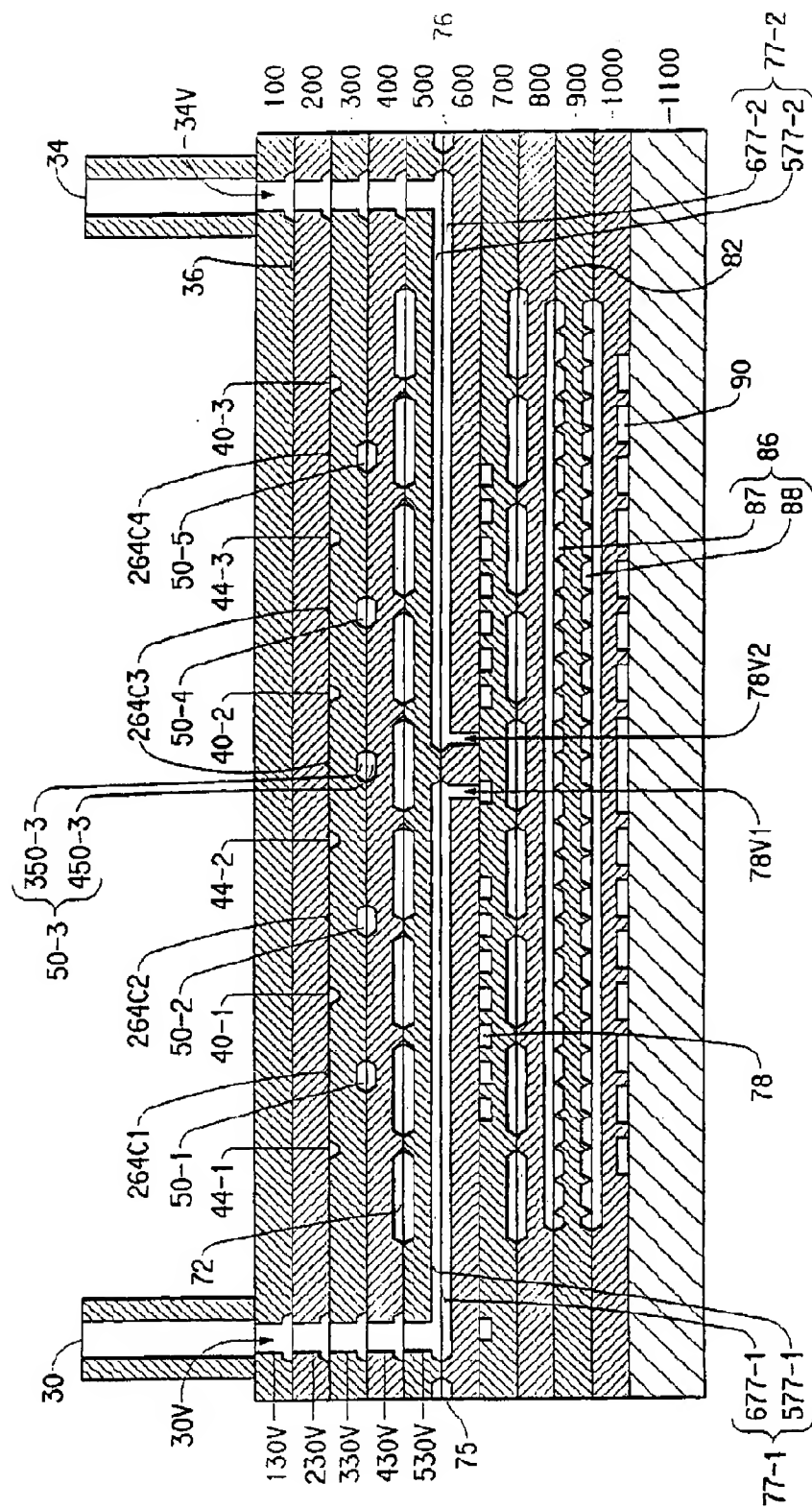


FIG.3

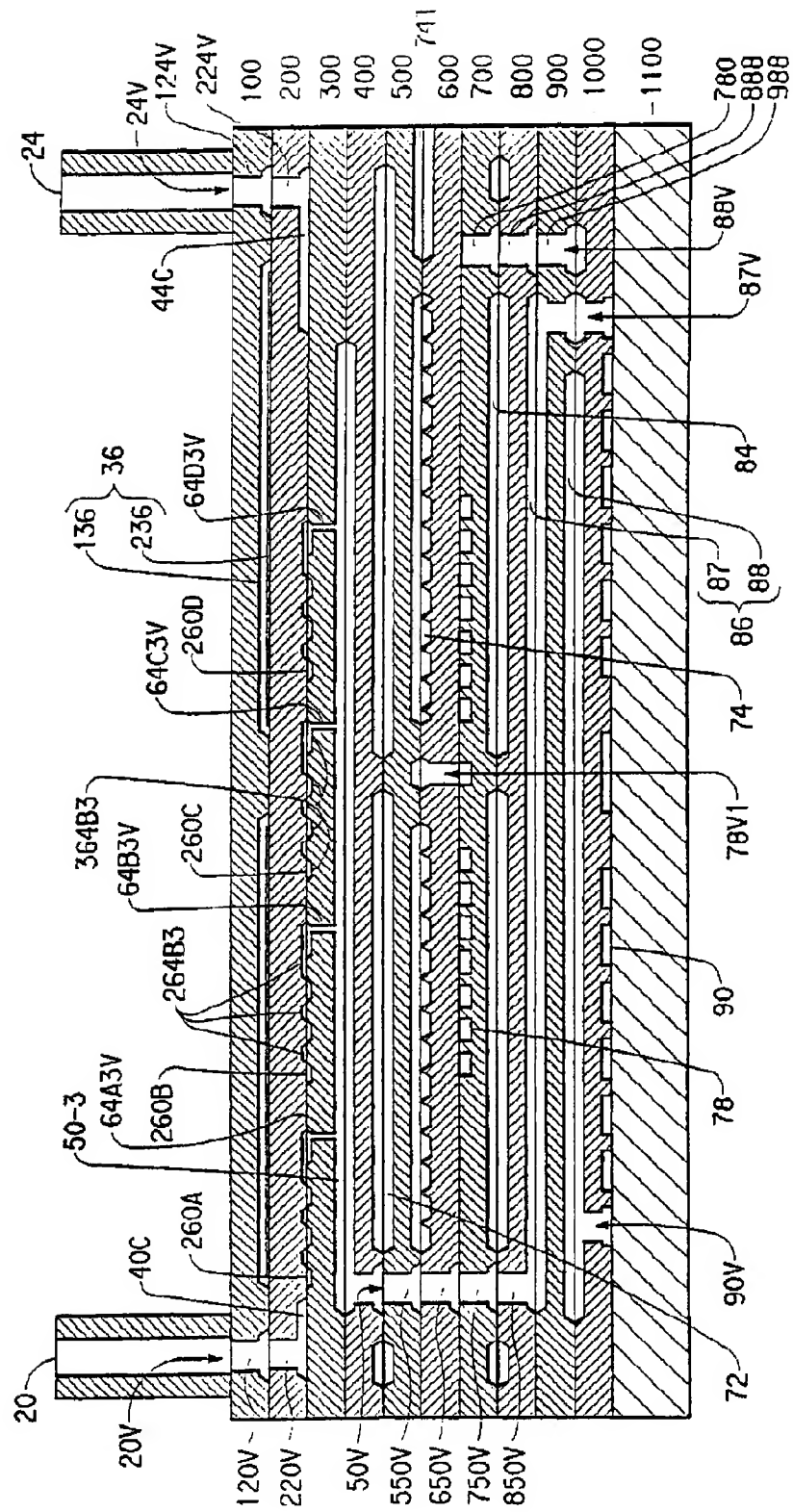
【図1】

FIG. 4



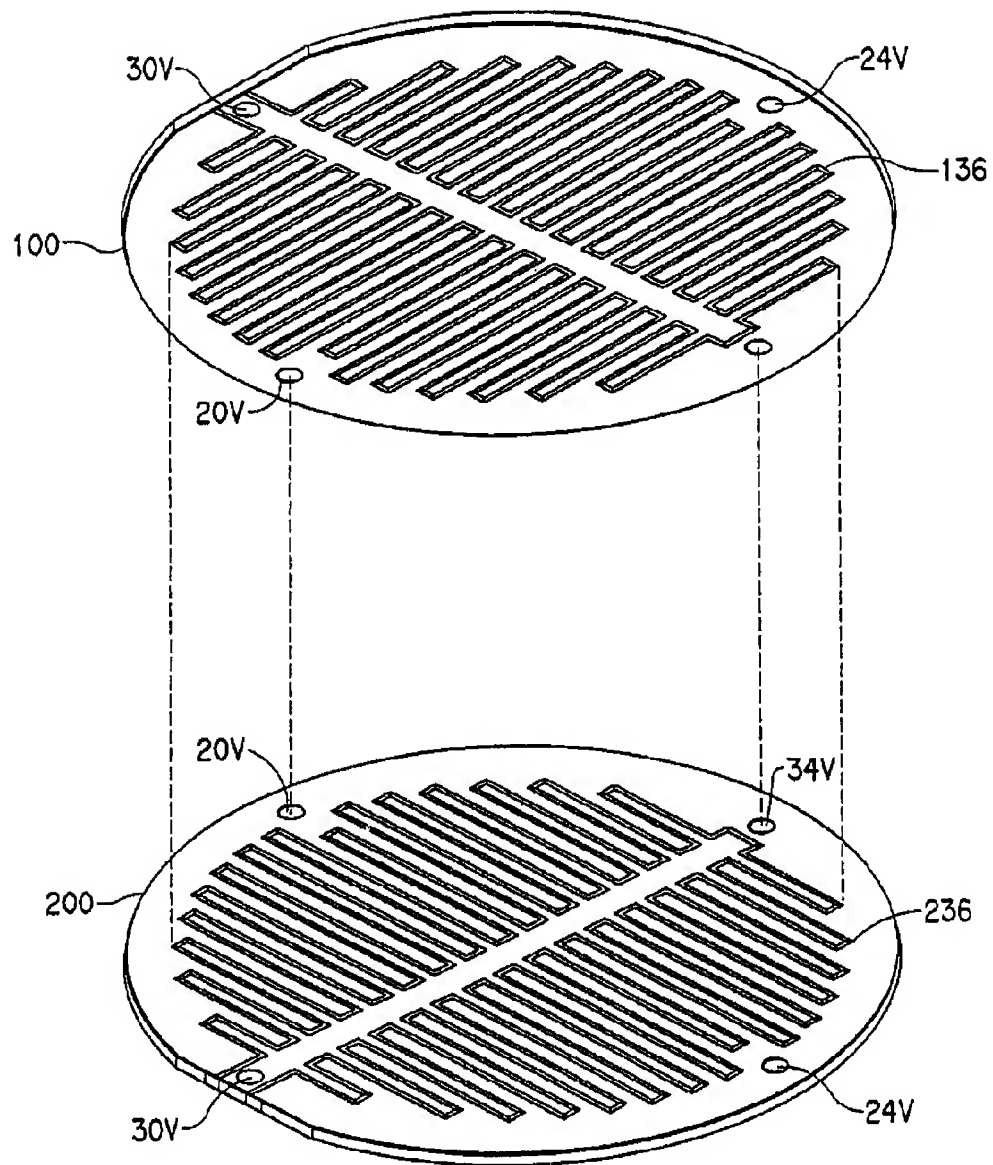
【図5】

FIG. 5



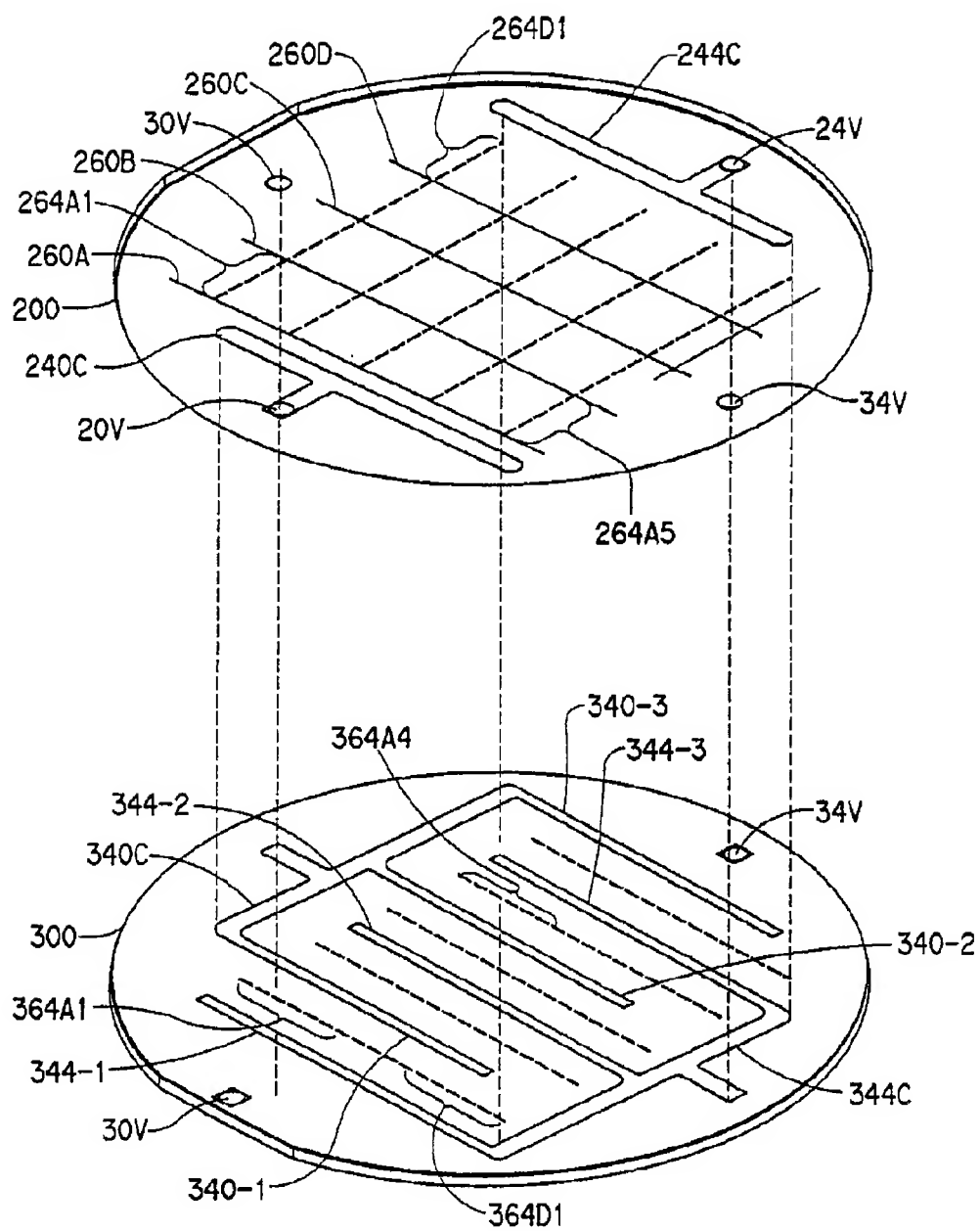
【図6】

FIG.6



【図7】

FIG.7



【図7A】

FIG. 7A

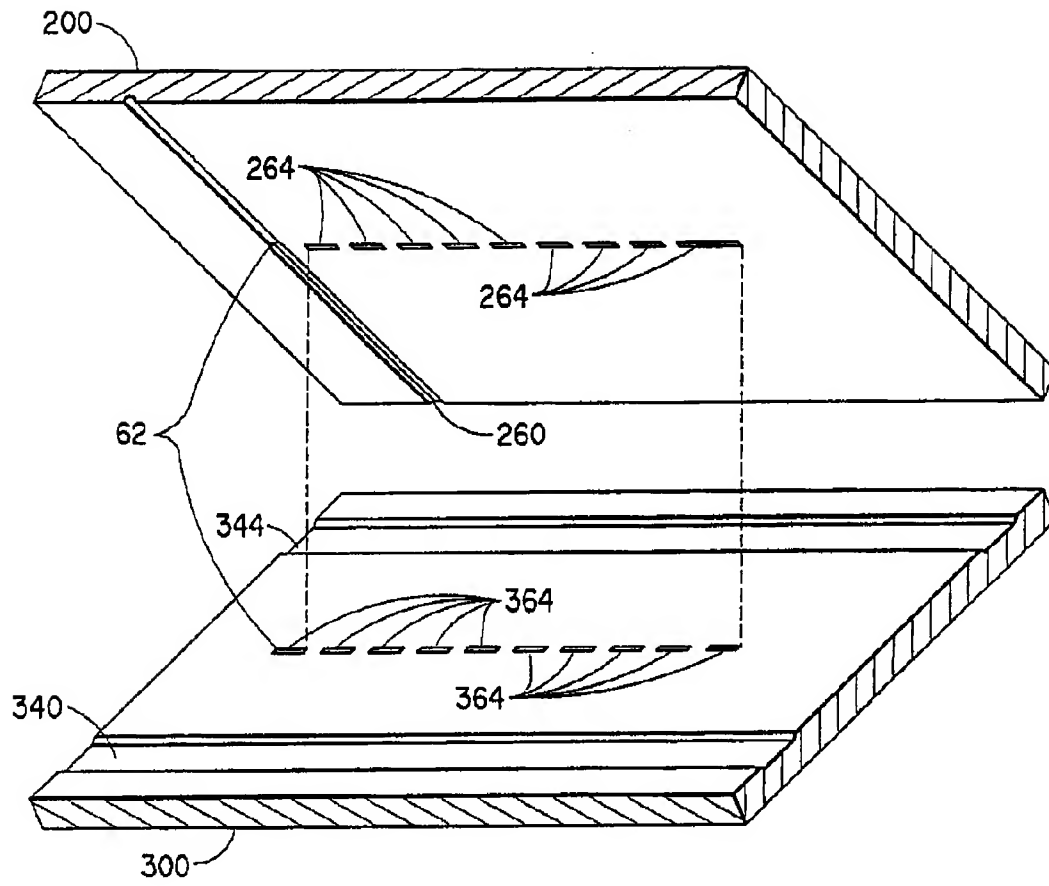
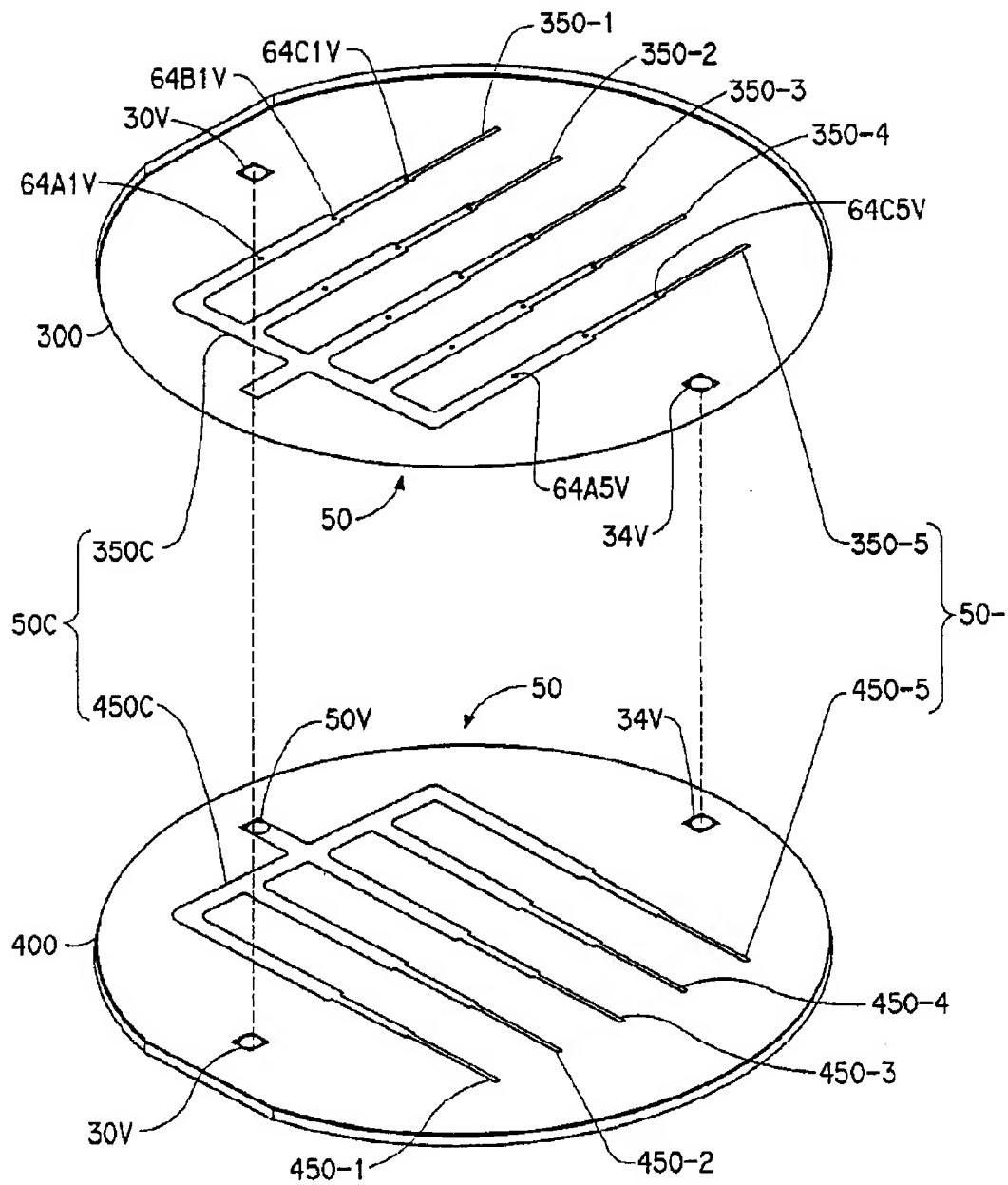
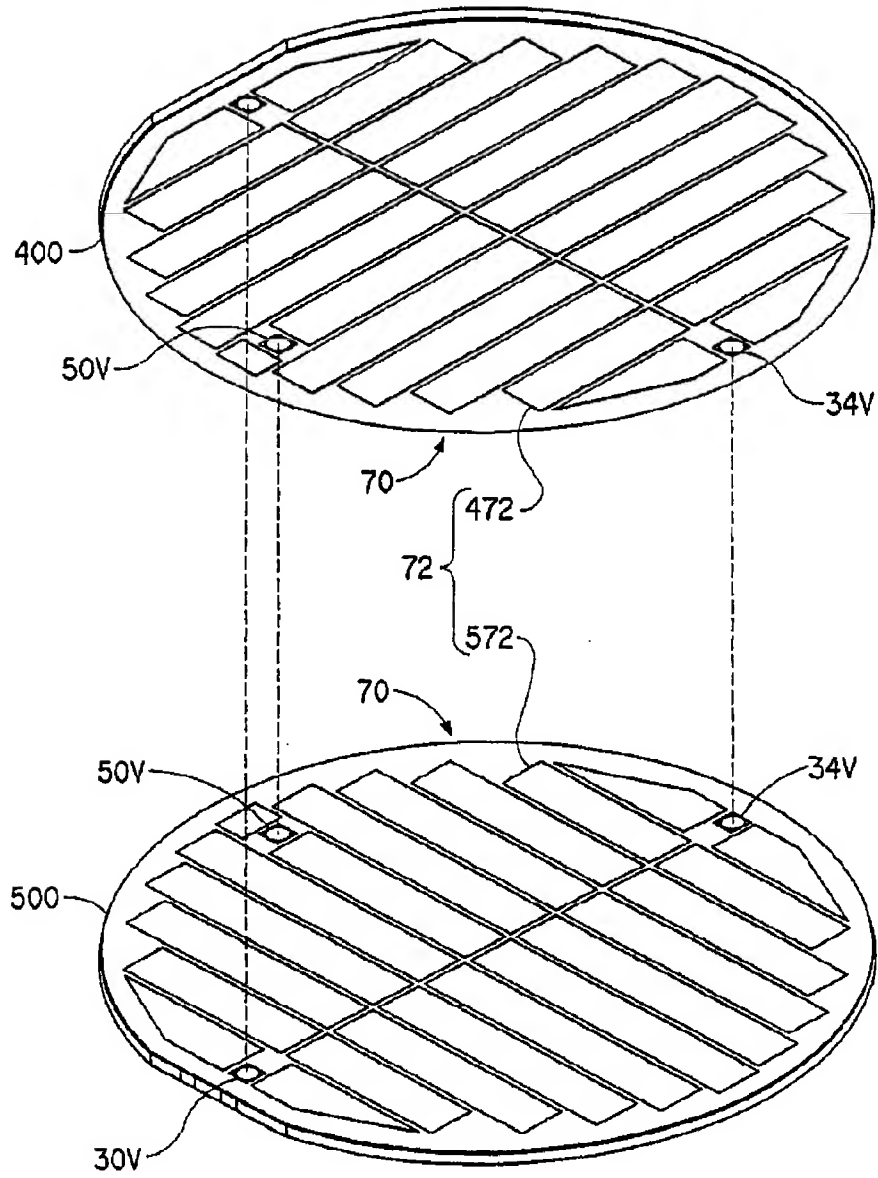


FIG. 8



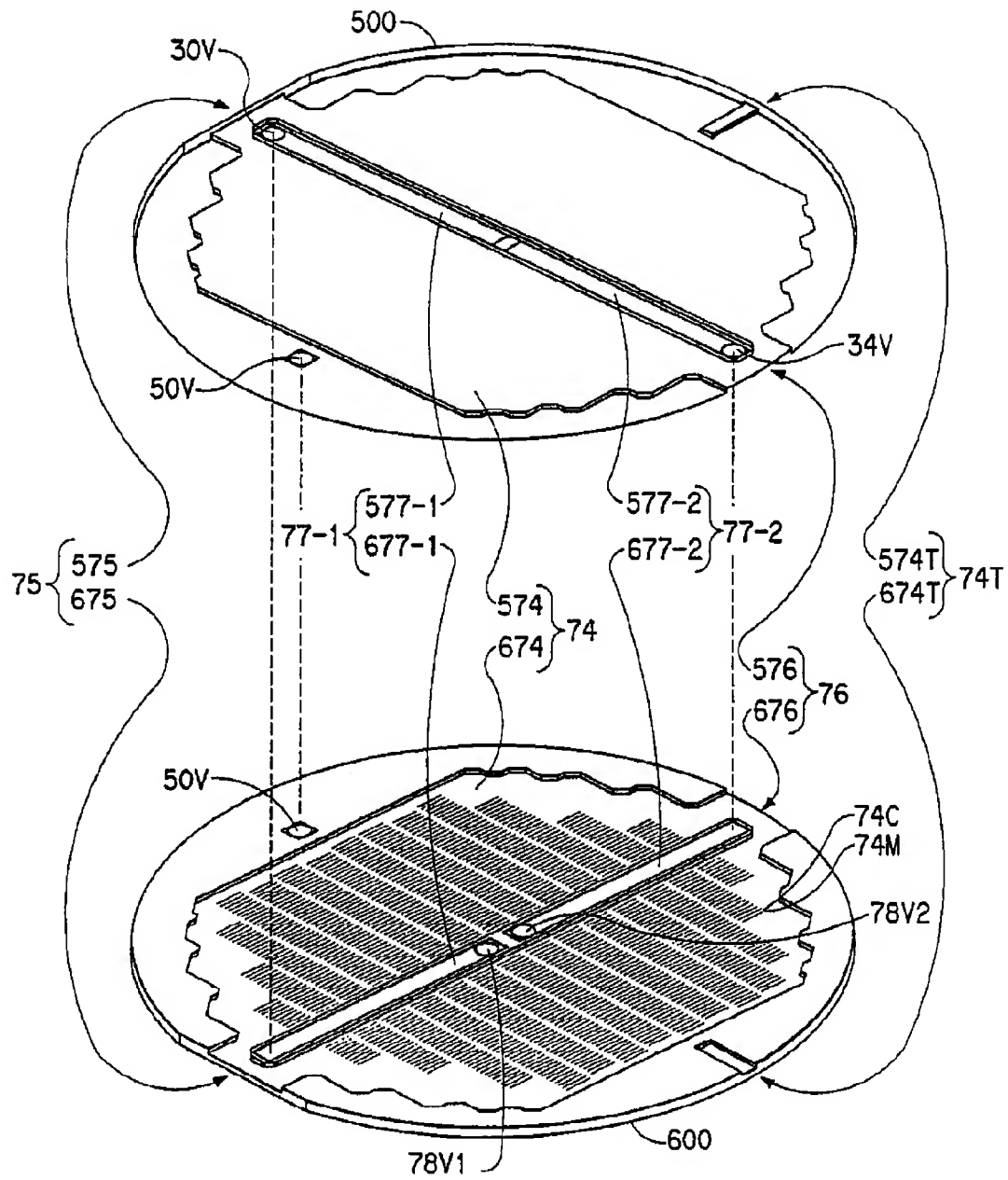
【図9】

FIG. 9



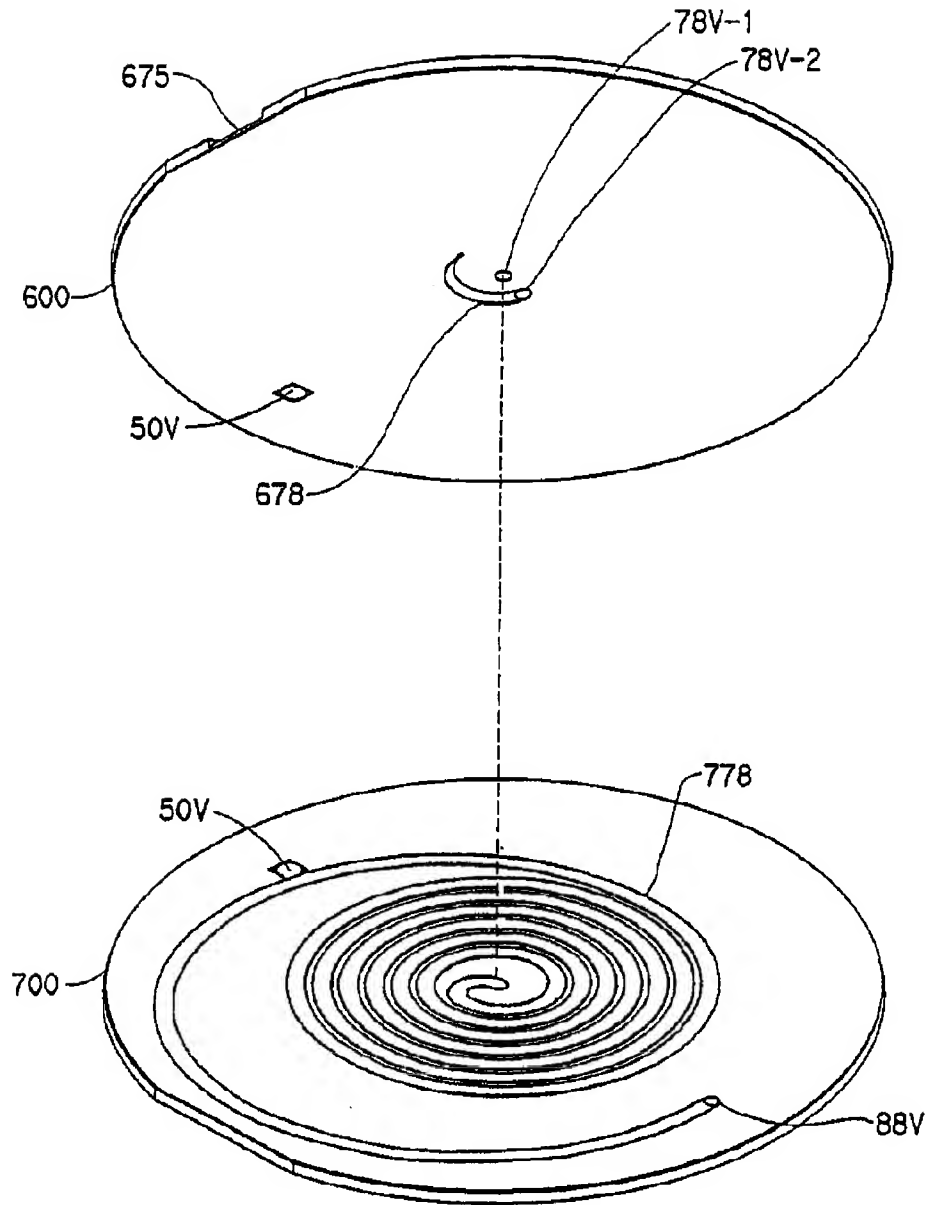
【図10】

FIG.10



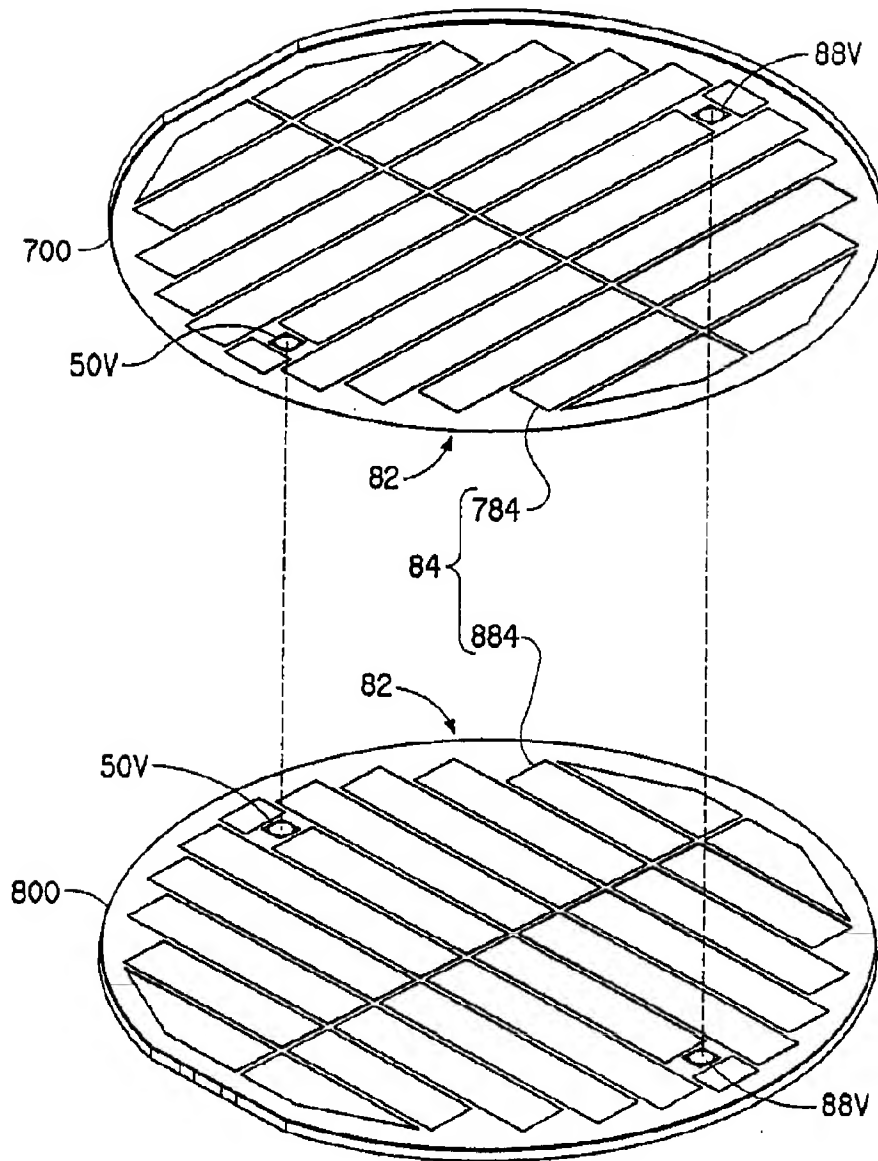
【図11】

FIG. 11



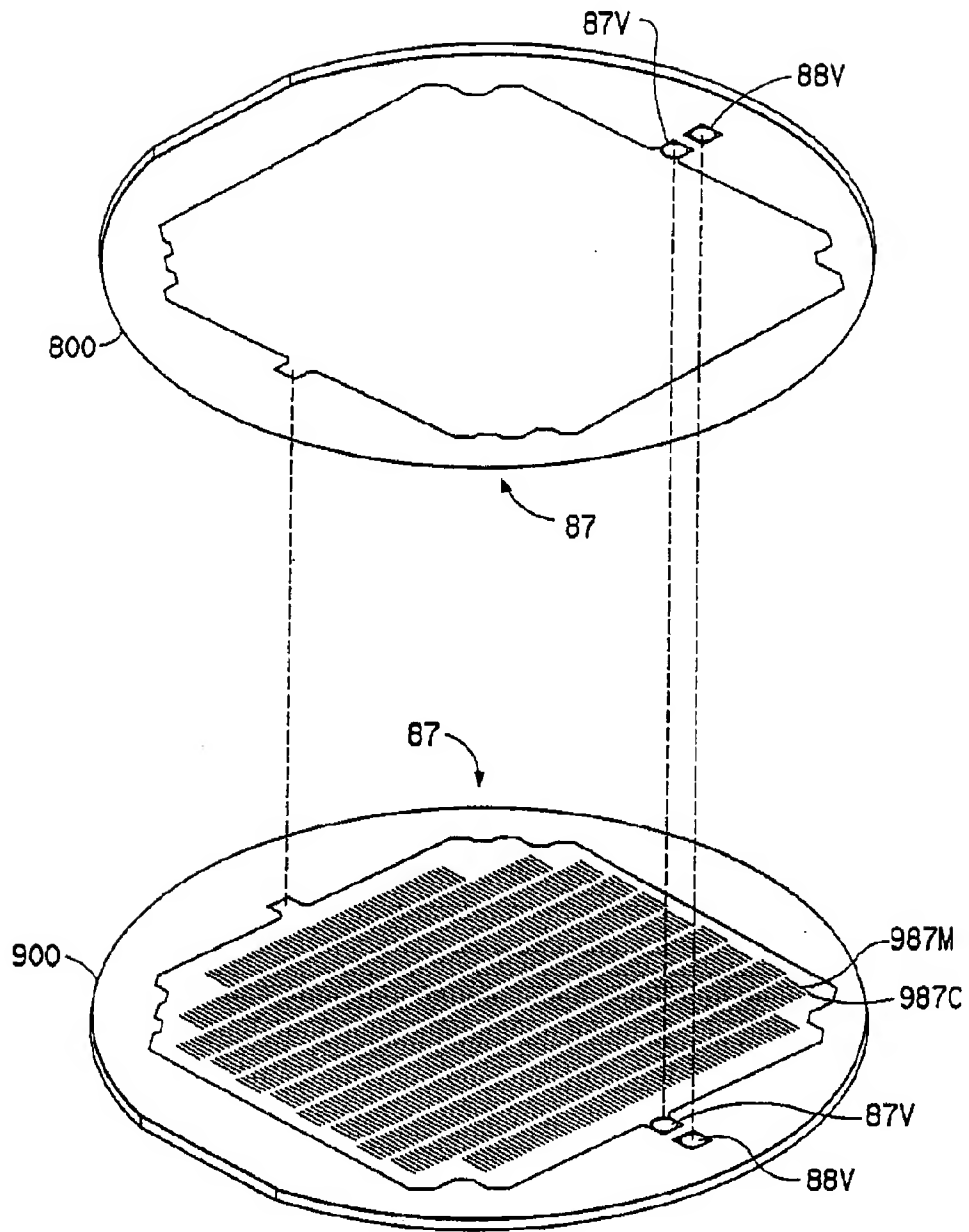
【図12】

FIG. 12



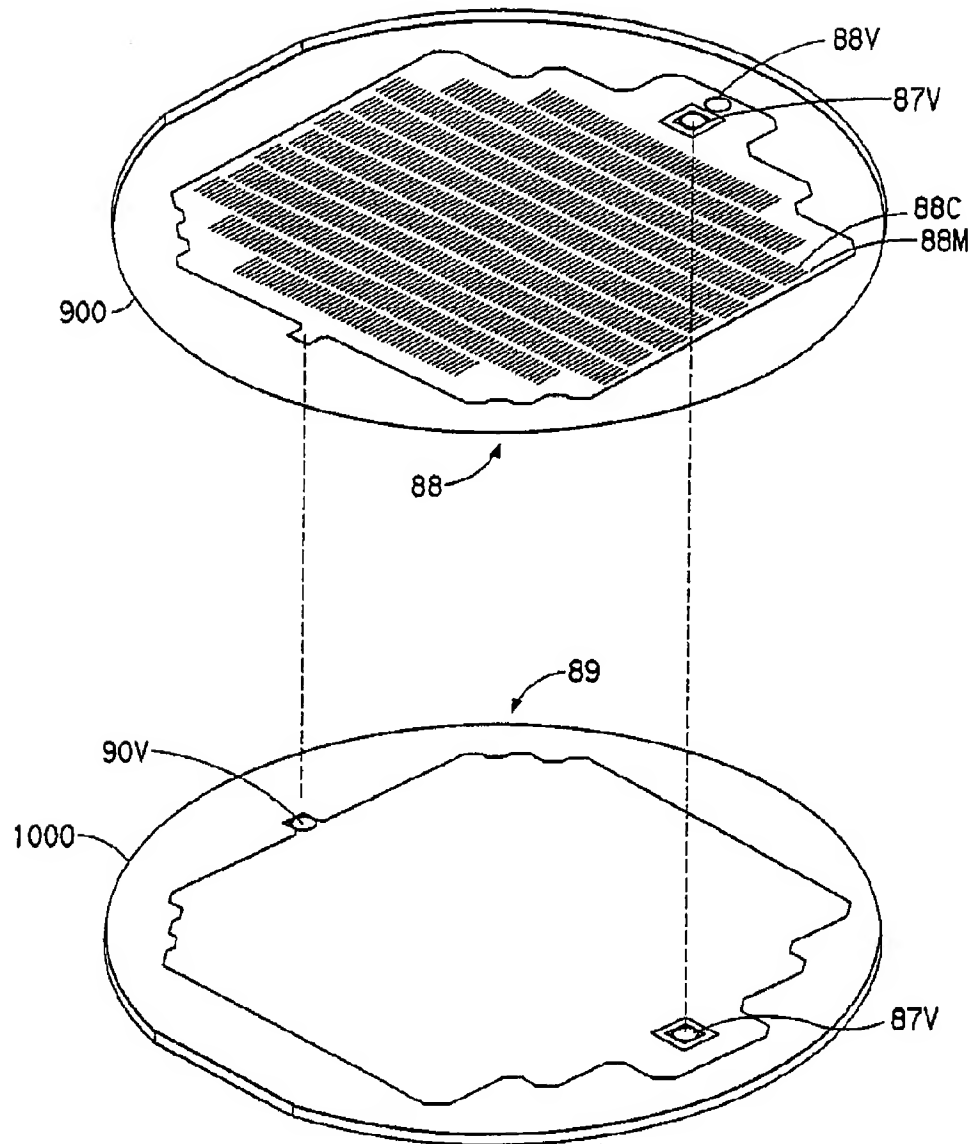
【図13】

FIG.13



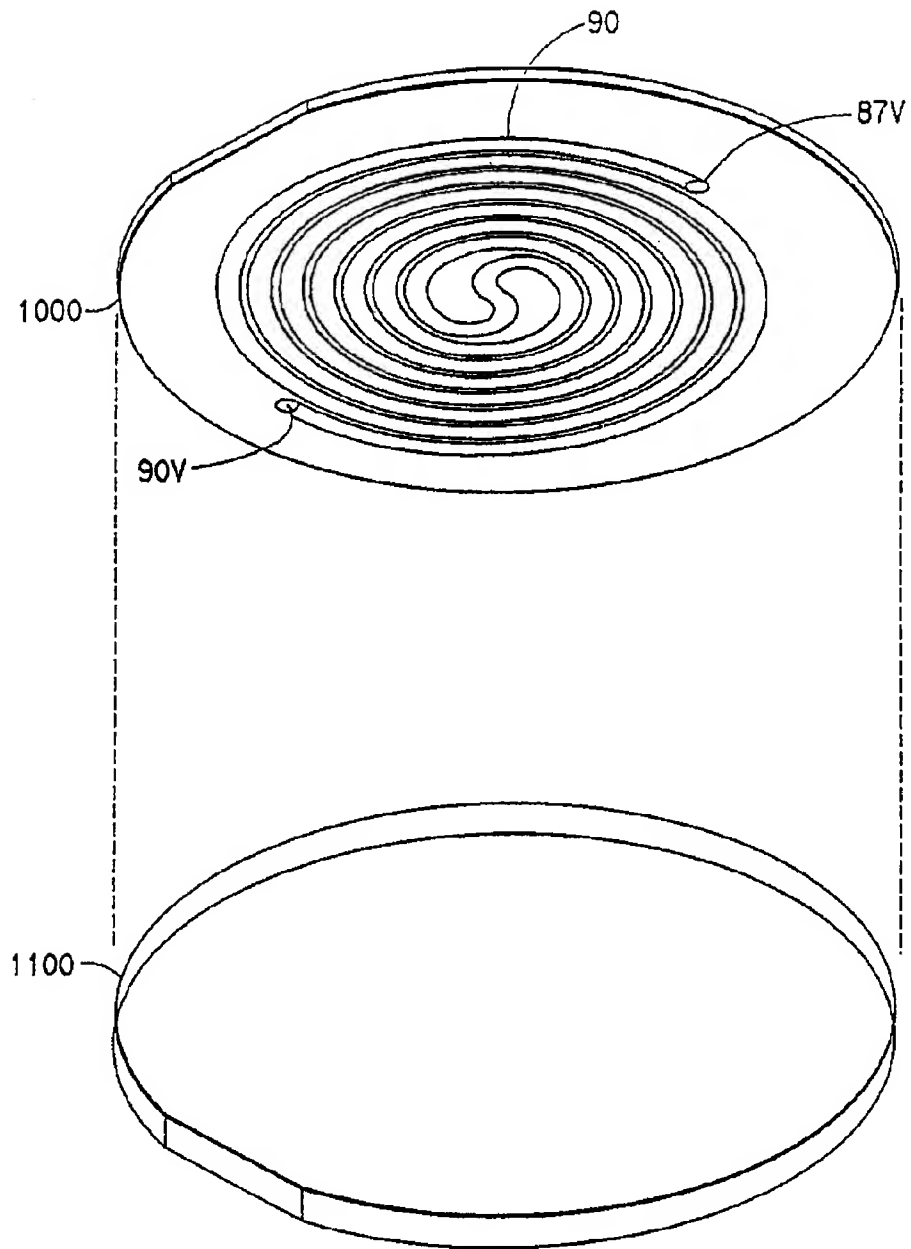
【图14】

FIG.14



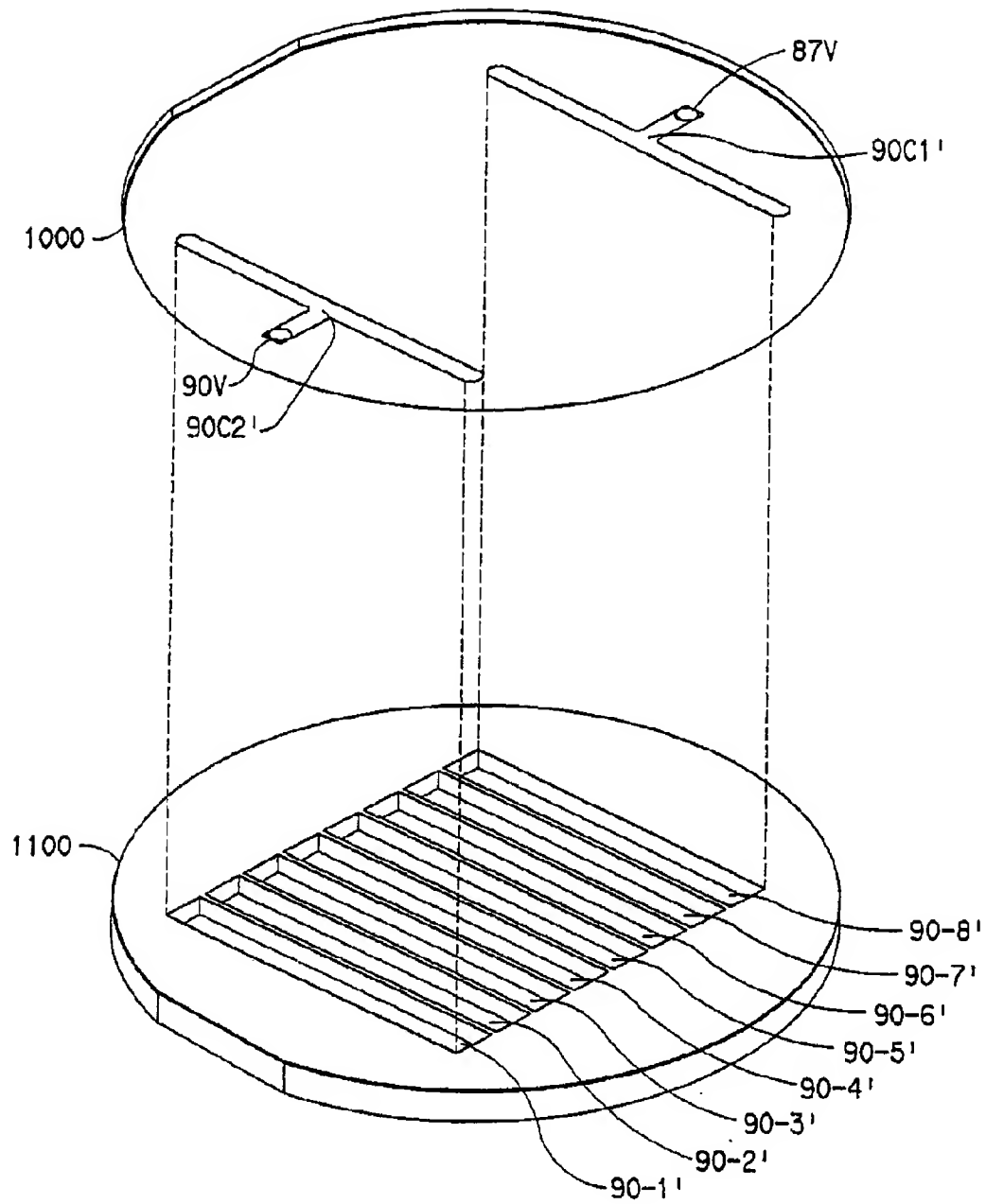
【図15】

FIG. 15



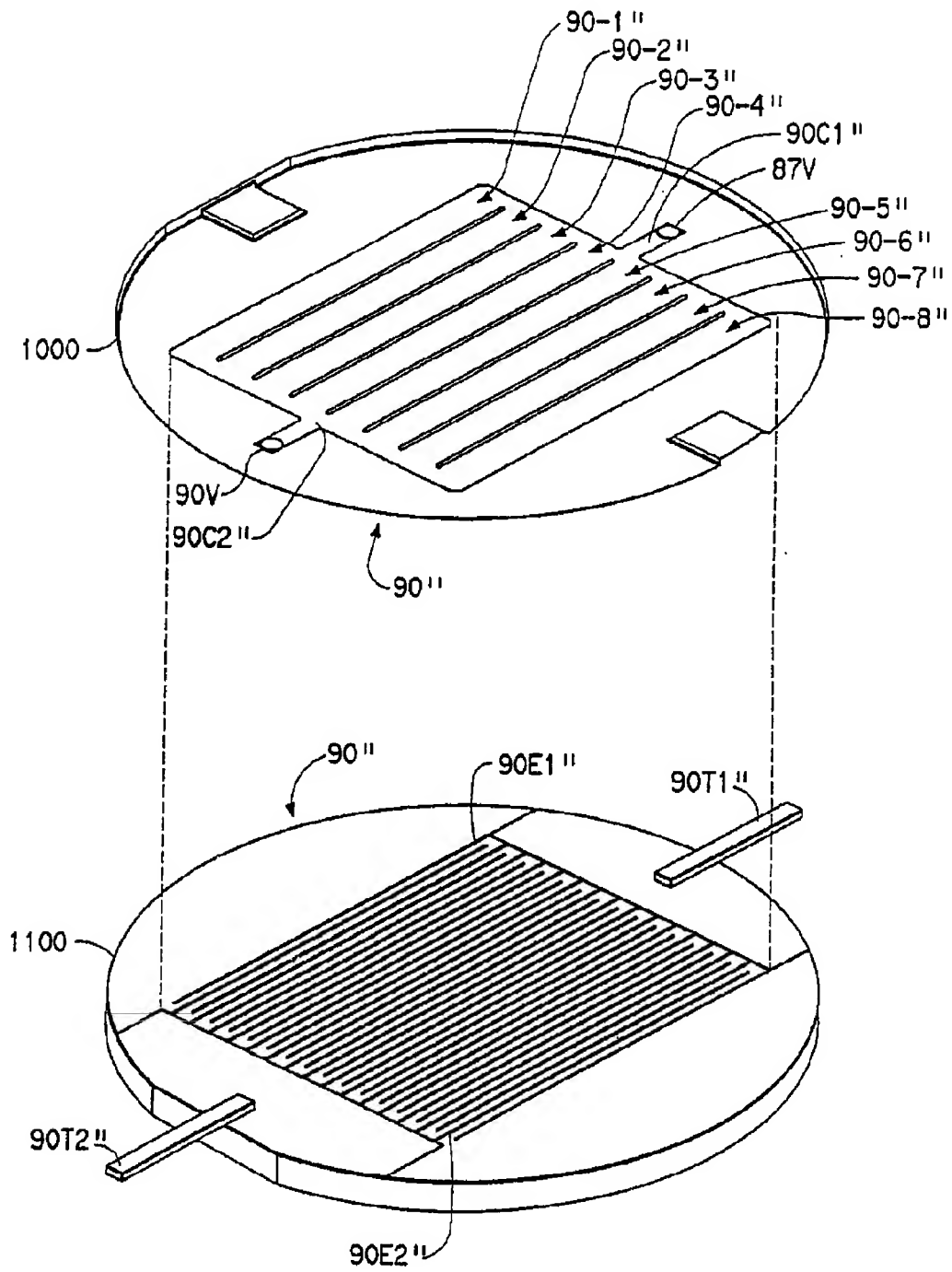
【図16】

FIG. 16



【図17】

FIG. 17



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US 94/02845

| | | |
|---|--|--|
| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER | | |
| IPC 5 | B01J19/00 | B01J19/12 B01J12/00 B01J14/00 B01J35/04 B01L3/00 |
| According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC | | |
| B. FIELDS SEARCHED | | |
| Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) | | |
| IPC 5 B01J B01L B01F | | |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched | | |
| Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) | | |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| A | EP, A, 0 347 579 (MESSERSCHMITT-BÖLKOW-BLOHM GMBH) 27 December 1989 * abstract * see claims 1-9, 15 see figures 1-8, 15 | 1-5 |
| A | FR, A, 2 540 620 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 22 June 1990 * abstract * see page 1, paragraph 1 see page 2, paragraph 2 - page 4, paragraph 2 see page 6, paragraph 2 see page 9, paragraph 5 - page 10, paragraph 3 see figures 1-3 | 21, 22, 26, 27, 30 |
| <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex. | | |
| * Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier document but published on or after the international filing date "I" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family | | |
| Date of the actual completion of the international search | | Date of mailing of the international search report |
| 13 July 1994 | | 04.08.94 |
| Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 LV Rijswijk Tel. (+31-70) 140-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016 | | Authorized officer Siem, T |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US 94/02845

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|--|---|-----------------------|
| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| A | CH,A,680 788 (ALUSUISSE-LONZA SERVICES) 13 November 1992 * abstract * see page 8, line 10 - line 32 see figures 7-11 --- | 1,2,6, 8-10 |
| A | DE,A,39 26 466 (MESSERSCHMITT-BÜLKOW-BLOHM GMBH) 14 February 1991 cited in the application * abstract * see column 1, line 26 - column 2, line 6 see column 2, line 23 - line 26 see figures 1,2 --- | 1,21,31 |
| A | US,A,3 856 270 (FMC CORPORATION) 24 December 1974 * abstract * see figures 1-4 see column 3, line 8 - column 4, line 35 ----- | 1,12,17 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US 94/02845

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---------------------|--|--|
| EP-A-0347579 | 27-12-89 | DE-A- 3818614 DE-A- 3825907 DE-D- 58907327 US-A- 5252294 DE-U- 8817007 | 07-12-89 01-02-90 05-05-94 12-10-93 02-10-91 |
| FR-A-2640620 | 22-06-90 | NONE | |
| CH-A-680788 | 13-11-92 | NONE | |
| DE-A-3926466 | 14-02-91 | NONE | |
| US-A-3856270 | 24-12-74 | NONE | |

フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), AU, BR, CA, CN, JP, KR, RU, UA

(72)発明者 ジョンソン, メルビン・ハリー
アメリカ合衆国ペンシルベニア州19317チ
ヤーズフォード・マウンテンビュートレイ
ル21

(72)発明者 ニキスト, ジヤック・ケント
アメリカ合衆国ペンシルベニア州19317チ
ヤーズフォード・チヤドウィツクレイン8

(72)発明者 ペロツト, ジョセフ・アンソニー
アメリカ合衆国ペンシルベニア州19350ラ
ンデンバーグ・パインヒルロード136

(72)発明者 リレイ, ジェイムズ・フランシス, ジュニア
アメリカ合衆国ペンシルベニア州19026ド
レクセルヒル・オレンダーロード5220

【公報種別】特許法第17条第1項及び特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第2部門第1区分

【発行日】平成13年8月14日(2001.8.14)

【公表番号】特表平8-508197

【公表日】平成8年9月3日(1996.9.3)

【年通号数】

【出願番号】特願平6-521214

【国際特許分類第7版】

B01J 12/00

14/00

19/00

19/12

C07F 7/12

【F I】

B01J 12/00

14/00 Z

19/00 Z

19/12 Z

C07F 7/12 F

特許補正書

平成13年3月16日

特許庁長官 及川 耕造 殿

1. 事件の表示

平成6年特許願第521214号

2. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 イー・アイ・デュパン・ドウ・スモール・アンド・カンパニー

3. 代理人

住 所 〒107 0052 東京都港区赤坂1丁目9番15号

日本自転車会館

氏 名 (6078) 弁理士 小島 平 吉

電 話 3585-2256



4. 補正命令の日付 なし

5. 補正の対象

請求の範囲の欄

6. 補正の内容

(1) 請求の範囲の欄を別紙のとおりに訂正する。

以上

別紙

請求の範囲

「1. 化学物質を受取り出すために形成された少なくとも一つの入口ポート及び少なくとも一つの出口ポートを備えた容器に結合された複数のラミネート処理される化学物質を収容するように形成された少なくとも3次元の面がリチャネルとを具備する化学反応器及び製造のための一様構造において、

該リチャネルの断面が、約1.0〜約5.00.0マイクロメートルであり、

該リチャネルが、該入口及び該出口ポートに接続されており、該ラミネートが、化学プロセスと機械性であるように選択された材料を含む、

該リチャネルが、隣接ラミネートの間に正確に方向付けられており、該リチャネルが一つ以上のラミネートに沿って連続であり、他の一つ以上のラミネートに沿って不連続であり、

該不連続なリチャネルが、該隣接ラミネートの間において連続的に整合しており、連続通路を形成し、所望の制御をして化学物質を制御するように位置付けられた少なくとも一つのユニットの作動をする手段と駆動するよう形成されている、

ことを特徴とする一様構造。

2. 該ラミネートは、樹脂製の皿、TV又はV板の覆蓋、セラミック、ガラス、ポリマー、複合物質及び金属から成るグループから選択される材料を具備する請求の範囲1の一様構造。

3. 該ラミネートが、さらに、シリコンダイアメタムから成るグループから選択された塗層を具備する請求の範囲2の一様構造。

4. 該ラミナが、さらに、炭化ケイ素、サファイアとアルミナから成るグループから選択されたセラミックを具備する請求の範囲2の一体構造。

5. 少なくとも一つのユニット動作を行う駆動手段が、温度制御手段、圧力制御手段、化学滞留時間を制御するための手段、混合手段、熱絶縁手段、分離手段、光化学反応手段、電気化学反応手段、及び触媒反応条件下から成るグループから選択される前記の範囲1に記載の一体構造。

6. 該混合手段が、下混合器と該行バス混合器の組み合わせである請求の範囲5に記載の一体構造。

7. 化学処理及び製造のための方法において、

(a) 請求の範囲1の構造の入口ポートに処理される一つ以上の化学物質を導入すること、

(b) 一つ以上の化学物質を収容するように特別に適合された少なくとも一つの曲がりチャネルを構築するように一つ以上の化学物質を指向させること、

(c) 一つ以上の化学物質に対して次のユニット動作の少なくとも一つを行う手段により曲がりチャネルを通過して一つ以上の化学物質の経路を調整すること、

A-混合、

B-熱交換、

C-分離、

D-触媒反応、

E-非触媒反応、

該ストリームを単一ストリームに再結合すること、

(e) 該混合化学ストリームを第1熱交換手段に通過させること、

(d) 該混合化学ストリームの温度をさらに上昇させるために、該混合化学ストリームを第1熱交換手段の第1側に通過させること、

(u) 該混合化学ストリームを第2熱交換手段において光化学反応させる化学経路を有する光化学反応器手段に該ストリームを通過させること、

(f) 該反応ストリームの温度を低下させるために、第1熱交換手段の第2側に該反応化学ストリームを通過させること、

(g) 温度センサー、制御器及び熱交換器流体制御手段を具備する制御手段により制御温度に維持された、第2熱交換器と熱接触した凝縮分離器を具備する分離器手段に第2熱交換手段を通じて該冷却反応ストリームを通過させること、

(h) 更に化学ストリームを少なくとも2つのサブストリームに分離すること、

(i) 少なくとも一つのサブストリームを少なくとも一つの出口ポートから放出させることを含むことを特徴する方法。

9. 化学処理及び製造のための一体構造の構築のためのプロセスにおいて、

(a) 底部と底部を各々とし、所望のチャネルを形成するために十分な所望の厚さを有する複数のラミナを提供すること、該チャネルは、該チャネルが1つ以上のラミナに亘って連続であり、他の1つ以上のラミナに亘って不連続であり、

(b) 化学物質の収容と放出のために形成した少なくとも一つの入口ポートと少なくとも一つの出口ポートとを該チャネルにおいて該ラミナを

用いて化学反応、

(c) 一気化学反応、

(d) 出口ポートから一つ以上の処理済化学物質を回収することを含む。

これにより、該処理は、処理される一つ以上の化学物質に作用されるユニット動作に関する曲がりチャネルの設計の調整を特徴する方法。

10. 化学物質の収容と放出のために形成された少なくとも一つの入口ポートと少なくとも一つの出口ポート、及び処理される化学物質を収容するために形成された少なくとも一つの第2次元曲がりチャネルを具え、一体に構築された複数のラミナを具備する化学処理及び製造のための一体構造を使用する方法において、

該チャネルは、該入口及び出口ポートに連結され、該ラミナは、さらに、化学プロセスとの融和性のために選択された材料を具備し、

該チャネルは、隣接するラミナの間に正確に方向づけられ、該チャネルが1つ以上のラミナに亘って連続であり、他の1つ以上のラミナに亘って不連続であり、

該不連続なチャネルが、該隣接ラミナの間に適恰的に整合しており、連続通路を形成し、一連のユニットの作用によって化学物質を処理する手段を構築するように形状付けられており、

(a) 一体構造と接触した電気加熱器と温度制御手段の組み合わせにより制御温度に化学物質を加熱すること、

(b) 化学物質を複数のストリームに順次に分割し、対応するストリーム対を下混合器により混合させ、該ストリーム対を結合ストリームに結合させ、該結合ストリームの各々を該行バス混合器によって混合させ、

組み合わせ、一緒に結合し、該連続及び不連続のチャネルは、処理される化学物質を収容するために少なくとも一つの連続的次元曲がりチャネルを形成するように隣接ラミナの間に正確に整合せしめられ、該チャネルは、該入口ポートと該出口ポートに連結され、該ラミナは、化学プロセスと融和性であるように選択された材料を具備すること、

(c) 化学物質が処理される如く、所望の制御を行い、該チャネルと隣接するように少なくとも一つのユニット動作を行うために一つ以上の手段を位置付けること、

を含むことを特徴とするプロセス。

10. 該処理(a)が、化学ミッシング、電解加工、放電加工、レーザ切断、穴あけと切削、研磨及び第1ダイヤエンド点カッティング、電型法、選択メソッド、化学腐蝕法、ステレオリソグラフィック形成、溶接、成型、鋳造、及びスクリューから成るグループから選択される処理によって実行される請求の範囲9に記載のプロセス。

以上